



SKRIPSI

**PENGARUH WAKTU HIDROTERMAL PADA
SINTESIS ZEOLIT Na-P DARI KAOLIN
BANGKA BELITUNG**

LUVITA ENDAH DWI PUSPITANINGRUM
NRP 1413 100 009

Pembimbing
Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc.

DEPARTEMEN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2017



SCIRPT

**EFFECT OF HYDROTHERMAL TIME ON
SYNTHESIS Na-P ZEOLITE FROM KAOLIN
BANGKA BELITUNG**

LUVITA ENDAH DWI PUSPITANINGRUM
NRP 1413 100 009

Supervisor
Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc.

DEPARTMENT OF CHEMISTRY
FACULTY OF MATHEMATICS AND NATURAL SCIENCES
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2017

**PENGARUH WAKTU HIDROTERMAL PADA SINTESIS
ZEOLIT Na-P DARI KAOLIN BANGKA BELITUNG**

SKRIPSI

Diajukan untuk Memenuhi Salah Satu Syarat
Memperoleh Gelar Sarjana Sains
pada
Program Studi S-1 Departemen Kimia
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya

Oleh:

LUVITA ENDAH DWI PUSPITANINGRUM
NRP. 1413 100 009

**DEPARTEMEN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2017**

LEMBAR PENGESAHAN

PENGARUH WAKTU HIDROTHERMAL PADA SINTESIS ZEOLIT Na-P DARI KAOLIN BANGKA BELITUNG

SKRIPSI

Oleh:

LUVITA ENDAH DWI PUSPITANINGRUM
NRP 1413 1000 009

Surabaya, 01 Agustus 2017

Menyetujui,
Dosen Pembimbing



Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc.
NIP. 19710616 199703 1 002



Mengetahui,
Kepala Departemen Kimia



Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc.
NIP. 19710616 199703 1 002

PENGARUH WAKTU HIDROTERMAL PADA SINTESIS ZEOLIT Na-P DARI KAOLIN BANGKA BELITUNG

Nama : Luvita Endah Dwi Puspitaningrum
NRP : 1413100009
Jurusan : Kimia - ITS
Dosen Pembimbing : Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc.

Abstrak

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh waktu hidrotermal pada sintesis zeolit Na-P dari kaolin Bangka Belitung. Sintesis zeolit Na-P diawali dengan preparasi metakaolin, dilanjutkan dengan proses pembuatan gel, pemeraman, dan diikuti proses hidrotermal. Waktu hidrotermal yang digunakan yaitu 24, 48, dan 72 jam dengan suhu 100 °C. Padatan hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan FTIR (*Fourier Transform Infrared*), XRD (*X-Ray Diffraction*), dan *Scanning Electron Microscopy–Energy Dispersive X-ray* (SEM-EDX). Hasil karakterisasi XRD dan FTIR menunjukkan bahwa sintesis zeolit Na-P melalui fase metastabil zeolit X pada waktu hidrotermal 24 dan 48 jam. Fase zeolit Na-P murni terbentuk pada waktu hidrotermal 72 jam. Morfologi kristal menunjukkan adanya bentuk seperti bola palsu pada waktu hidrotermal 72 jam dimana morfologi ini diketahui sebagai morfologi dari zeolit Na-P. Waktu hidrotermal mempengaruhi pembentukan kristal hasil sintesis.

Kata kunci: kaolin, metakaolin, waktu hidrotermal, zeolit Na-P, zeolit X

EFFECT OF HYDROTHERMAL TIME ON SYNTHESIS Na-P ZEOLITE FROM KAOLIN BANGKA BELITUNG

Name : Luvita Endah Dwi Puspitaningrum
NRP : 1413100009
Department : Chemistry-ITS
Supervisor : Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc.

Abstract

The purpose of this research was to study the effect of hydrothermal time on synthesis of Na-P zeolite from kaolin Bangka Belitung. The synthesis of zeolite Na-P began with preparation of metakaolin, making gel, aging, and followed by a hydrothermal process. The hydrothermal times used were 24, 48, and 72 at 100 °C. The solid product were characterized using FTIR (*Fourier Transform Infrared*), XRD (*X-Ray Diffraction*), and *Scanning Electron Microscopy–Energy Dispersive X-ray* (SEM-EDX). The results of characterization with XRD and FTIR indicate that synthesis of Na-P zeolite through metastable phase of zeolite X on hydrothermal times 24 and 48 hours. The phase of pure Na-P zeolite was formed on hydrothermal time 72 hours. Crystalline morphology showed the existence of rounded pseudo-spherical-like on hydrothermal time 72 hours where this morphology was known as the morphology of Na-P zeolite. The hydrothermal time affects the formation of the synthesized crystals.

keyword: kaolin, metakaolin, hydrothermal time, zeolite Na-P, zeolite X

KATA PENGANTAR

Puji syukur kehadiran Allah SWT yang selalu melimpahkan rahmat dan karunia-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan tugas akhir ini yang berjudul **“Pengaruh Waktu Hidrotermal Pada Sintesis Zeolit Na-P Dari Kaolin Bangka Belitung”**. Dengan penuh kerendahan hati, penulis menyampaikan terimakasih kepada:

1. Bapak Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc, selaku Kepala Departemen Kimia, dosen pembimbing tugas akhir, dan dosen wali atas fasilitas yang telah diberikan dan bimbingan selama proses penyusunan naskah tugas akhir ini.
2. Bapak Dr. Djoko Hartanto, M.Si, selaku kepala Laboratorium Kimia Material dan Energi yang telah memberikan fasilitas selama pengerjaan tugas akhir ini.
3. Kedua orang tua, kakak, dan keluarga besar saya yang selalu memberi dukungan, doa, materi, serta semangat yang tiada henti.
4. Sahabat-sahabat yang selalu memberikan semangat selama pengerjaan tugas akhir ini.
5. Teman-teman mahasiswa Kimia ITS angkatan 2013 (Anorthite) beserta rekan-rekan seperjuangan di Laboratorium KME atas semua bantuan, semangat, dan doanya.

Penulis menyadari bahwa penulisan tugas akhir ini masih jauh dari sempurna, oleh karena itu penulis mengharapkan kritik dan saran yang membangun. Semoga tugas akhir ini dapat memberikan manfaat bagi penulis dan pembaca.

Surabaya, Juli 2017

Penulis

DAFTAR ISI

SKRIPSI.....	i
SCIRPT	ii
LEMBAR PENGESAHAN.....	iv
ABSTRAK.....	v
ABSTRACT.....	vi
KATA PENGANTAR.....	vii
DAFTAR ISI.....	viii
DAFTAR GAMBAR	x
DAFTAR TABEL.....	xi
DAFTAR LAMPIRAN	xii
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	4
1.3 Batasan Penelitian	4
1.4 Tujuan Penelitian.....	5
1.5 Manfaat Penelitian.....	5
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	7
2.1 Kaolin.....	7
2.2 Metakaolin.....	10
2.3 Zeolit	11
2.3.1 Pengertian Zeolit	11
2.3.2 Struktur Zeolit	14
2.3.3 Sintesis Zeolit	17
2.3.4 Sintesis Zeolit Na-P	18
2.4 Metode Hidrotermal	20
2.5 Karakterisasi.....	21
2.5.1 <i>Fourier Transform Infrared</i> (FTIR).....	21
2.5.2 <i>X-ray Diffraction</i> (XRD)	24

2.5.3 <i>Scanning Electron Microscopy – Energy Dispersive X-ray</i> (SEM-EDX)	27
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	31
3.1 Alat dan Bahan	31
3.1.1 Alat	31
3.1.2 Bahan	31
3.2 Prosedur Kerja	31
3.2.1 Preparasi Metakaolin	32
3.2.2 Sintesis Zeolit Na-P	32
3.3 Karakterisasi Hasil Sintesis	33
3.3.1 <i>Fourier Transform Infrared</i> (FTIR)	33
3.3.2 <i>X-ray Diffraction</i> (XRD)	33
3.3.3 <i>Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-ray</i> (SEM-EDX)	34
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	35
4.1 Preparasi Metakaolin	35
4.1.1 Karakterisasi Metakaolin Bangka Belitung	36
4.1.1.1 Karakterisasi Menggunakan XRD	36
4.1.1.2 Karakterisasi Menggunakan FTIR	37
4.2 Sintesis Zeolit Na-P	39
4.2.1 Karakterisasi Zeolit Na-P	41
4.2.1.1 Karakterisasi Menggunakan XRD	41
4.2.1.2 Karakterisasi Menggunakan FTIR	44
4.2.1.3 Karakterisasi Menggunakan SEM-EDX	47
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN	51
5.1 Kesimpulan	51
5.2 Saran	51
DAFTAR PUSTAKA	53
DAFTAR LAMPIRAN	61
BIODATA PENULIS	77

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2. 1 Struktur Kaolin	8
Gambar 2. 2 Kerangka 3 Dimensi Zeolit	12
Gambar 2. 3 Unit Bangun Sekunder Zeolit	16
Gambar 2. 4 Unit Bangun Tersier Zeolit	17
Gambar 2. 5 Kerangka (<i>framework</i>) tipe gismondine (GIS).....	19
Gambar 2. 6 Skema Kerja FTIR	22
Gambar 2. 7 Spektra Inframerah Zeolit Na-P	23
Gambar 2. 8 Sudut Difraksi SinarX.....	25
Gambar 2. 9 Difraktogram Zeolit Na-P	26
Gambar 2. 10 Prinsip Kerja SEM	28
Gambar 2. 11 Morfologi Zeolit Na-P	29
Gambar 4. 1 Difraktogram XRD Sampel a) Kaolin b) Metakaolin	37
Gambar 4. 2 Spektra Inframerah Sampel a) Kaolin b) Metakaolin	38
Gambar 4. 3 Difraktogram XRD Sampel a) Kaolin b) Metakaolin c) 24 jam d) 48 jam e) 72 jam f) Standar X g) Standar Na-P	42
Gambar 4. 4 Spektra Inframerah Sampel a) Kaolin b) Metakaolin c) 24 jam d) 48 jam e) 72 jam.....	45
Gambar 4. 5 Mikrograf SEM Sampel 24 Jam.....	47
Gambar 4. 6 Mikrograf SEM Sampel a) 48 Jam b) 72 Jam	48
Gambar 4. 7 Pemetaan Unsur Sampel 72 Jam	49

DAFTAR TABEL

Tabel 2. 1 Komposisi Kimia pada Kaolin Jordania (Gougazeh & Buhl, 2013)	7
Tabel 2. 2 Contoh Zeolit Alam Beserta Komposisinya (Subagjo, 1993)	13
Tabel 2. 3 Rumus Oksida Beberapa Jenis Zeolit Sintetis (Georgiev dkk., 2009)	14
Tabel 2. 4 Contoh Unit Bangun Sekunder Zeolit.....	16
Tabel 2. 5 Hasil Sintesis Zeolit Na-P.....	20
Tabel 4. 1 Puncak Dengan Sudut 2 θ Hasil Sintesis Variasi Waktu Hidrotermal 24, 48 dan 72 jam.....	43
Tabel 4. 2 Pita Serapan Spektra FTIR Referensi Zeolit Na-P dibandingkan Sampel Hasil Analisis	45
Tabel 4. 3 Hasil Analisis EDX Sampel Zeolit Na-P Variasi Waktu 48 dan 72 jam.....	49

DAFTAR LAMPIRAN

A. Prosedur Sintesis Zeolit.....	61
B. Perhitungan Sintesis Zeolit Na-P.....	63
C. Data Karakterisasi.....	66

Karya ini kupersembahkan untuk
Bapak dan mamak tercinta
Kakakku Affy Hamzah Yuniarto
Sahabat-sahabat tersayang
Teman-teman Kimia angkatan 2013 (Anorthite)
Teman-teman seperjuangan laboratorium KME

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Zeolit merupakan kristal alumina silikat yang memiliki struktur kerangka tiga dimensi tersusun atas $[\text{SiO}_4]^{4-}$ dan $[\text{AlO}_4]^{5-}$ dengan bentuk tetrahedral (Rios dkk., 2009). Pada tahun 1756, Baron Axel Cronstedt yang seorang ahli mineralogis pertama kalinya mengenalkan zeolit sebagai kelompok suatu mineral. Zeolit banyak dimanfaatkan sebagai bahan yang baik untuk pemisahan dan pemurnian gas karena mempunyai kemampuan untuk menyerap senyawa polar (Ackley, 2002) sehingga zeolit disebut sebagai adsorben. Selain itu zeolit dapat digunakan sebagai katalis, penukar kation (*ion exchange*), sensor gas, dan sebagai pendukung pada alat elektronika (Kalogeras, 1998) karena zeolit mempunyai ukuran yang sama, luas permukaan yang tinggi, dan stabilitas termal yang baik (Wang dkk., 2010).

Zeolit dibedakan menjadi dua, yaitu zeolit alam dan zeolit sintetis. Zeolit alam adalah zeolit yang terbentuk secara alami misalnya analsim, kabasit, klinoptilolit, erionit, mordenit dan phillipsit. Zeolit alam memiliki beberapa kelemahan diantaranya mengandung banyak pengotor seperti Fe, Mg, Na, dan Ca (Salim dan Malek, 2016) sehingga memiliki kristalinitas yang kurang baik. Untuk mengoptimalkan kegunaan zeolit, dibuatlah zeolit sintesis yang memiliki sifat fisis yang lebih baik. Zeolit sintetis dapat disintesis secara komersial dalam skala besar misalnya zeolit A, X, Y dan ZSM-5 (Dutta dkk., 2013).

Saat ini, zeolit sintetis lebih banyak digunakan daripada zeolit alam karena zeolit sintesis memiliki bentuk kristal yang lebih murni dengan ukuran partikel yang lebih seragam. Pada tahun 1940, Barrer dan Milton memperkenalkan zeolit sintesis untuk

pertama kalinya. Hal ini menjadi langkah pertama para ilmuwan untuk melakukan penelitian lebih lanjut tentang zeolit sintesis. Salah satu contoh dari zeolit sintesis adalah zeolit Na-P.

Zeolit Na-P merupakan salah satu jenis zeolit yang tersusun dari kerangka (*framework*) tipe gismondine (GIS). Tipe ini banyak diaplikasikan dalam industri dan pelestarian lingkungan (Faghigian dkk., 2003). Umumnya tipe ini disintesis pada suhu 70°C sampai 250°C (Zubowa dkk., 2008). Zeolit Na-P digunakan dalam pemisahan molekul kecil gas atau padatan, karena ukuran mikroporinya lebih kecil daripada zeolit tipe FAU, LTA dan MF1 (Kakansson dkk., 1990), menghilangkan senyawa yang berbahaya dan radioaktif dari suatu limbah (Cs, Sr, Ba, Pb, dan U), mengurangi kadar logam dari limbah air, dan sebagai bahan pembuatan detergen yang ramah lingkungan (Albert dkk., 1998).

Bahan baku yang digunakan pada pembuatan zeolit sintesis umumnya sangatlah mahal dan jumlahnya terbatas, misalnya aluminium hidroksida dan natrium aluminosilikat (Wang dkk., 2014). Oleh karena itu, digunakan bahan baku yang lebih murah seperti tanah liat (Auer, 1993), kaolin (Rios dkk., 2009), dan abu batubara (Rayalu dkk., 2000) sebagai prekursor untuk sintesis zeolit karena bahan-bahan tersebut banyak mengandung silika dan alumina.

Salah satu bahan baku sintesis zeolit yang sering digunakan adalah kaolin. Kaolin merupakan salah satu jenis mineral lempung berbentuk serbuk, berwarna putih, putih abu-abu, kuning, jingga atau kemerahan. Kaolin memiliki komposisi SiO_2 (46,54%), Al_2O_3 (39,5%), dan H_2O (13,96%) (Prasad dkk., 1991). Kandungan SiO_2 dan Al_2O_3 yang cukup tinggi pada kaolin menjadikannya dapat digunakan sebagai bahan baku dalam sintesis zeolit (Gougazeh, 2013).

Di Indonesia, kelimpahan kaolin terbilang cukup banyak. Kementerian ESDM (2012) memperkirakan produksi kaolin di Indonesia mencapai 1.068.377.264 ton. Salah satu potensi dan cadangan kaolin di Indonesia banyak terdapat di Provinsi Kepulauan Bangka Belitung. Provinsi Kepulauan Bangka Belitung merupakan daerah yang potensial di bidang pertambangan, karena terdapat banyak tanah yang mengandung mineral bijih timah dan bahan galian yang tersebar merata, seperti kaolin, batu gunung, tanah liat, dan pasir kuarsa. Kaolin banyak dimanfaatkan dalam bidang industri keramik sebagai bahan baku pembuatan keramik, sebagai bahan pengisi *pulp* dalam industri kertas, dan juga digunakan dalam industri karet, tinta, dan cat (Murray, 2007).

Hansen (1993) mensintesis zeolit Na-P pada suhu 85°C selama 60 jam menggunakan kaolin dari India sebagai bahan dasar penghasil silika dan alumina. Akan tetapi kaolin memiliki sifat yang stabil dan kurang reaktif sehingga perlu dilakukan tahap metakaolinisasi untuk merubah kaolin menjadi metakaolin yang memiliki sifat lebih reaktif.

Metode Sintesis zeolit yang sering digunakan adalah metode penguapan, metode gelombang mikro, dan hidrotermal. Namun, metode hidrotermal paling sering digunakan dibandingkan metode yang lainnya. Menurut Lobachev (1973) metode hidrotermal adalah teknik kristalisasi partikel prekursor pada suhu dan tekanan uap yang tinggi dengan media pelarut air. Barrer dan Milton pada tahun 1940-an mengembangkan metode sintesis hidrotermal menggunakan logam alkali- aluminosilikat dalam bentuk gel pada suhu rendah (~100°C) dan tekanan rendah (Ozdemir dkk., 2013). Waktu hidrotermal adalah salah satu faktor yang mempengaruhi hasil sintesis zeolit Na-P. Semakin lama waktu hidrotermal, kristalinitas produk yang dihasilkan akan semakin meningkat. Hal ini sesuai menurut Bohra dkk. (2013), dimana zeolit Na-P dari abu

sekam padi dengan rasio molar $2,1 \text{ Na}_2\text{O} : \text{Al}_2\text{O}_3 : 3,8 \text{ SiO}_2 : 50 \text{ H}_2\text{O}$ melalui proses hidrotermal pada suhu 100°C selama 15, 24, 48, 72 dan 96 jam berhasil disintesis. Zeolit Na-A didapatkan pada waktu hidrotermal 15-24 jam dan zeolit Na-P pada waktu 48-96 jam. Berdasarkan penjelasan di atas, maka dilakukan sintesis zeolit Na-P dari kaolin Bangka Belitung yang diubah menjadi metakaolin menggunakan metode yang dilakukan oleh Ginter dkk (1992) dengan rasio molar bahan $4 \text{ Na}_2\text{O} : 1 \text{ Al}_2\text{O}_3 : 10 \text{ SiO}_2 : 180 \text{ H}_2\text{O}$ melalui proses hidrotermal pada suhu 100°C dan variasi waktu hidrotermal yang digunakan adalah 24, 48, dan 72 jam untuk mengetahui pengaruh waktu hidrotermal terhadap hasil sintesis.

1.2 Rumusan Masalah

Kaolin merupakan bahan baku alternatif yang dapat digunakan pada sintesis zeolit Na-P dan dapat mempengaruhi hasil sintesis zeolit Na-P. Selain bahan baku, faktor lain yang dapat mempengaruhi hasil sintesis zeolit Na-P ialah waktu hidrotermal. Pembentukan fase zeolit Na-P akan meningkat seiring dengan peningkatan waktu hidrotermal. Oleh karena itu, perlu adanya penelitian tentang pengaruh waktu hidrotermal terhadap sintesis zeolit Na-P dari kaolin Bangka Belitung.

1.3 Batasan Penelitian

Batasan penelitian ini adalah:

1. Sintesis zeolit Na-P menggunakan kaolin Bangka Belitung yang diubah menjadi metakaolin sebagai sumber silika dan alumina, ludox sebagai sumber silika dan H_2O , NaOH sebagai sumber Na_2O , dan aqua demineralisasi sebagai sumber H_2O .
2. Metode sintesis yang digunakan adalah metode hidrotermal pada suhu 100°C dengan variasi waktu 24, 48, dan 72 jam.

3. Karakterisasi hasil sintesis menggunakan *Fourier Transform Infrared* (FTIR), *X-ray Diffraction* (XRD), dan *Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-ray* (SEM-EDX).

1.4 Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh waktu hidrotermal pada sintesis zeolit Na-P dari kaolin Bangka Belitung.

1.5 Manfaat Penelitian

Manfaat penelitian ini yaitu memberikan rujukan mengenai pengaruh waktu hidrotermal terhadap sintesis zeolit Na-P.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Kaolin

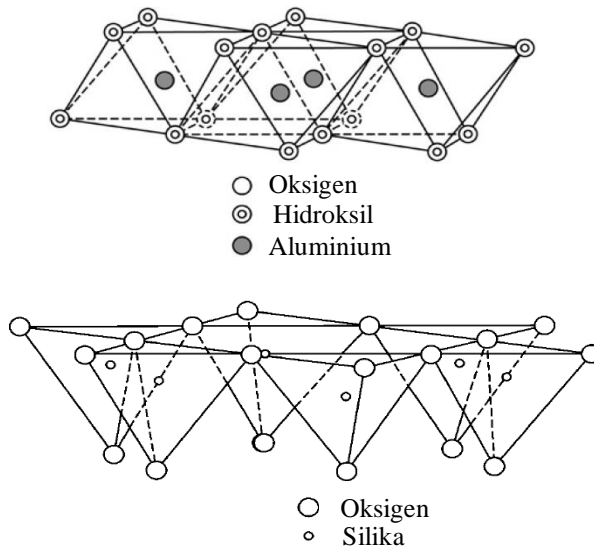
Kaolin adalah senyawa aluminosilikat dan merupakan salah satu jenis mineral lempung dengan kualitas tinggi (*high grade*) berbentuk serbuk, berwarna putih, putih abu-abu, kuning, jingga atau kemerahan. Kaolin mengandung beberapa komponen kristal terutama kaolinit dengan komposisi kimia $\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_3(\text{OH})_4$ (Rahayu, 2015). Di alam, kaolinit berasal dari dekomposisi *feldspar*.

Kaolin memiliki beberapa sifat yaitu massa jenis 2,6 g/mL; tingkat kekerasannya 2–2,5; titik lebur 1785°C ; plastis; memiliki daya hantar panas dan listrik yang rendah; dan pH bervariasi (Pramusanto dkk., 2000). Secara teori kaolin memiliki komposisi SiO_2 (46,54%), Al_2O_3 (39,5%), dan H_2O (13,96%) (Prasad dkk., 1991). Namun, kaolin juga mengandung beberapa komponen lain seperti yang ditunjukkan pada Tabel 2.1 berikut ini:

Tabel 2.1 Komposisi Kimia pada Kaolin Jordania (Gougazeh & Buhl, 2013)

Komposisi Kimia	Prosentase (%)
SiO_2	53,86
Al_2O_3	32,45
Fe_2O_3	0,65
MnO	0,01
MgO	0,08
CaO	0,13
Na_2O	0,06
K_2O	0,54
P_2O_5	0,12

Kaolin tersusun atas lapisan silikat dan lapisan aluminat seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.1. Lapisan silikat berupa lembaran tetrahedral dari ikatan koordinasi antara kation Si^{4+} dengan anion O^{2-} . Lapisan aluminat berupa lembaran oktahedral yang tersusun dari ikatan koordinasi antara kation Al^{3+} dengan anion OH^- . Kedua lapisan dihubungkan oleh oksigen yang berasal dari lapisan tetrahedral sehingga membentuk satuan mineral kaolinit. Antar mineral kaolinit dihubungkan oleh ikatan hidrogen antara $-\text{OH}$ dari lapisan oktahedral dengan O yang berasal dari lapisan tetrahedral (Adamis dkk., 2005).



Gambar 2.1 Struktur Kaolin

(Murray, 2007).

Proses pembentukan kaolin disebut kaolinisasi. Pembentukan kaolin terjadi melalui tiga cara yaitu : (i) pelapukan dan

transformasi batuan karena pengaruh iklim (tipe Zettlitz), (ii) transformasi batuan karena pengaruh hidrotermal (tipe Cornwall) dan (iii) pembentukan karena pengaruh iklim dan hidrotermal (tipe campuran). Tipe mineral yang terbentuk selama proses pelapukan batuan mengandung alumina dan silika dipengaruhi oleh iklim, rasio Si/Al dan pH. Sifat fisik dan kimia kaolin dapat diubah dengan perlakuan termal dan kimiawi. Perlakuan yang paling sering dilakukan adalah kalsinasi pada suhu lebih dari 550°C. Kalsinasi ini berguna untuk mengubah kaolin menjadi metakaolin dengan cara menghilangkan gugus fungsi berupa -OH dan penyusunan kembali Si- dan Al. Reaktivitas dari kaolin akan maksimal ketika kandungan Al nya rendah (Cristobal dkk., 2010).

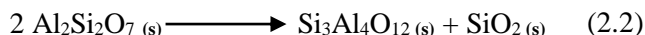
Potensi dan cadangan kaolin di Indonesia banyak terdapat di Kalimantan Barat, Kalimantan Selatan, dan Pulau Bangka dan Belitung, serta potensi lainnya tersebar di Pulau Sumatera, Pulau Jawa, dan Sulawesi Utara (Manado). Provinsi Kepulauan Bangka Belitung merupakan daerah yang potensial di bidang pertambangan, karena terdapat banyak tanah yang mengandung mineral bijih timah dan bahan galian yang tersebar merata, seperti kaolin, batu gunung, tanah liat, dan pasir kuarsa. Kaolin Bangka merupakan kaolin yang ditambang di Pulau Bangka Belitung berwarna putih, berbutir halus, lunak, dan lengket apabila basah, sebagian lagi berbentuk pasir. Kaolin pada umumnya digunakan penduduk lokal sebagai bahan baku keramik dan diekspor ke Jepang, Filipina, dan Taiwan, dan juga sebagai pengisi (*filler*) dalam industri kertas. Adanya kandungan halosit dan smektit menyebabkan viskositas kaolin menjadi tinggi sehingga tidak dapat digunakan sebagai pelapis kertas tanah liat (Murray, 2007). Selain itu beberapa penelitian telah dilaporkan yaitu penggunaan kaolin sebagai bahan baku pembuatan zeolit (Chandrasekhar dkk., 1999; Cristobal dkk., 2010).

2.2 Metakaolin

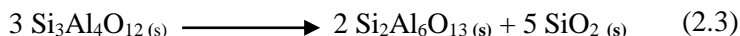
Kaolin akan mengalami serangkaian transformasi fase di bawah kondisi perlakuan panas pada tekanan atmosfer. Kaolin akan terhidroksilasi secara endotermik pada suhu 550-800°C menghasilkan *disordered metakaolin* ($\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_7$). Namun apabila dipanaskan hingga suhu 900°C menyebabkan hilangnya hidroksil terus-menerus pada metakaolin. Hal ini menjadikan metakaolin bukan sebagai campuran amorf silika (SiO_2) dan alumina (Al_2O_3) sederhana, namun merupakan struktur amorf kompleks (Bellotto, 1995). Berikut adalah reaksi yang terjadi pada suhu 550-800°C :



Pemanasan hingga mencapai 925-950°C akan mengubah metakaolin menjadi *aluminium-silicon spinel* ($\text{Si}_3\text{Al}_4\text{O}_{12}$), yang disebut sebagai tipe struktur *gamma-alumina* ($\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$) :



Pemanasan di atas suhu 1050°C akan menyebabkan fase spinel ($\text{Si}_3\text{Al}_4\text{O}_{12}$) bernukleasi dan bertransformasi menjadi *mullite* ($3 \text{ Al}_2\text{O}_3 \cdot 2 \text{ SiO}_2$) dan *cristobalite* kristalin (SiO_2) :



Pada penelitian ini kaolin diubah menjadi metakaolin dengan cara pemanasan kaolin pada suhu 720°C selama 4 jam berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Qiang (2010). Selama proses kalsinasi gugus hidroksil pada kaolin dihilangkan, kemudian strukturnya menjadi terdistorsi. Komposisi kimia kaolin dan metakaolin sama, karena kalsinasi hanya memodifikasi sejumlah air dalam kaolin, sehingga komposisi silika dan alumina tetap sama.

2.3 Zeolit

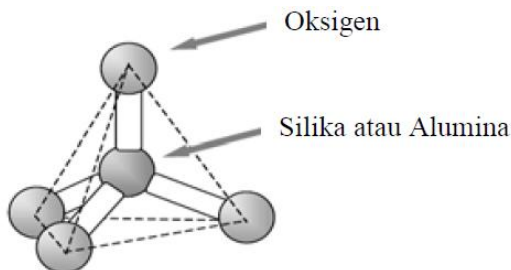
2.3.1 Pengertian Zeolit

Zeolit merupakan mineral aluminosilikat yang berupa partikel mikropori (kurang dari 2 nm). Istilah zeolit berasal dari bahasa Yunani, yaitu *zein* “mendidih” dan *lithos* “batu”. Disebut batu mendidih karena air terserap ke dalam pori yang dikendalikan oleh pemanasan. Istilah zeolit ditemukan pada abad ke-18 oleh seorang ahli mineralogi dari Swedia yang meneliti tentang pemanasan cepat oleh alam dengan membuat struktur batu berubah. Sampai tahun 1950 ilmuwan telah menemukan komposisi dari zeolit tersebut. Sejak saat itu, telah banyak diterbitkan mengenai zeolit (Ouki dkk., 1993). Zeolit merupakan mineral hasil tambang yang bersifat lunak. Warna dari zeolit adalah putih keabu-abuan, putih kekuningan, atau putih kehijauan (Muttaqien dkk., 2011).

Zeolit adalah mineral kristal alumina silikat berpori terhidrat yang mempunyai struktur kerangka tiga dimensi terbentuk dari tetrahedral $[\text{SiO}_4]^{4-}$ dan $[\text{AlO}_4]^{5-}$. Kedua tetrahedral tersebut dihubungkan oleh atom-atom oksigen, menghasilkan struktur tiga dimensi terbuka dan berongga yang di dalamnya diisi oleh atom-atom logam biasanya logam-logam alkali atau alkali tanah dan molekul air yang dapat bergerak bebas (Breck, 1974; Chetam, 1992; Scot dkk., 2003). Logam-logam tersebut bertindak sebagai kation yang akan mengisi rongga pada zeolit yang berfungsi sebagai penyeimbang muatan untuk menjaga kenetralan muatan zeolit (Moreno, 2001). Umumnya, struktur zeolit adalah suatu polimer anorganik berbentuk tetrahedral unit TO_4 , dimana T adalah ion Si^{4+} atau Al^{3+} dengan atom O berada diantara dua atom T seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.2.

Berdasarkan tipe strukturnya, ukuran pori dari zeolit kira-kira sebesar 0,3–1 nm (Rios dkk., 2008). Dengan adanya pori-pori tersebut, zeolit mampu memisahkan/ menyaring molekul dengan

ukuran tertentu sehingga zeolit disebut dengan *molecular sieve/ molecular mesh* (Muttaqien dkk., 2011).



Gambar 2.2 Kerangka 3 Dimensi Zeolit

(Haag, 1984).

Struktur zeolit memiliki rumus umum $M_a^{n+}(\text{Si}_x\text{Al}_y\text{O}_{2z}) \cdot m\text{H}_2\text{O}$ dimana M^{n+} merupakan kation logam dengan muatan n yang mampu menetralkan muatan negatif kerangka tertrahedral zeolit, $(\text{Si}_x\text{Al}_y\text{O}_{2z})$ adalah kerangka zeolit yang bermuatan negatif, dan $m\text{H}_2\text{O}$ adalah molekul air yang terhidrat dalam kerangka zeolit (Wittayakun dkk., 2007). Muatan negatif pada kerangka tersebut tergantung pada rasio Si/Al. Muatan negatif tersebut dinetralkan oleh kation-kation seperti K^+ , Na^+ , dan Mg^{2+} yang berada pada rongga zeolit (Manadee dkk., 2012).

Zeolit dapat dimanfaatkan dalam berbagai bidang, misalnya dalam bidang industri. Dalam bidang ini, zeolit dimanfaatkan sebagai penukar ion, bahan pengisi pada detergen, katalis, dan adsorben. Selain itu, dalam bidang teknologi pengolahan lingkungan, zeolit dimanfaatkan sebagai adsorben (Ackley dkk., 2002).

Berdasarkan asalnya, zeolit dapat dibedakan menjadi dua jenis, yaitu zeolit alam dan zeolit sintetis. Zeolit alam ditemukan dalam bentuk mineral dengan komposisi yang berbeda, terutama pada

rasio Si/Al dan jenis logam yang menjadi komponen penyusunnya seperti dalam Tabel 2.2.

Zeolit alam terbentuk karena adanya proses kimia dan fisika yang kompleks dari batu-batuan yang mengalami berbagai macam perubahan di alam dan pembentukannya dipengaruhi oleh komposisi dari batuan induk, suhu, tekanan, pH, dan aktivitas ion tertentu. Sebagai produk alam, zeolit alam diketahui memiliki komposisi yang sangat bervariasi, namun komponen utamanya adalah silika dan alumina. selain komponen utamanya, zeolit alam juga mengandung berbagai unsur lainnya seperti Na, K, Ca (Bogdanov dkk., 2009), Mg, dan Fe (Akimkhan, 2009). Oleh karena itu, zeolit alam tidak cocok untuk aplikasi industri karena ketidakseragaman dan kemurnian yang dapat mengurangi aktivitas dari zeolit.

Tabel 2.2 Contoh Zeolit Alam Beserta Komposisinya (Subagio, 1993)

No.	Zeolit Alam	Komposisi
1	Analsim	$\text{Na}_{16}(\text{Al}_{16}\text{Si}_{32}\text{O}_{96}).16\text{H}_2\text{O}$
2	Kabasit	$(\text{Na}_2,\text{Ca})_6(\text{Al}_{12}\text{Si}_{24}\text{O}_{72}).40\text{H}_2\text{O}$
3	Klinoptilolit	$(\text{Na}_4\text{K}_4)(\text{Al}_8\text{Si}_{40}\text{O}_{96}).24\text{H}_2\text{O}$
4	Erionit	$(\text{Na},\text{Ca}_5\text{K})(\text{Al}_9\text{Si}_{27}\text{O}_{72}).27\text{H}_2\text{O}$
5	Ferrierit	$(\text{Na}_2\text{Mg}_2)(\text{Al}_6\text{Si}_{30}\text{O}_{72}).18\text{H}_2\text{O}$
6	Heulandit	$\text{Ca}_4(\text{Al}_8\text{Si}_{28}\text{O}_{72}).24\text{H}_2\text{O}$
7	Laumonit	$\text{Ca}(\text{Al}_8\text{Si}_{16}\text{O}_{48}).16\text{H}_2\text{O}$
8	Mordenit	$\text{Na}_8(\text{al}_8\text{Si}_{40}\text{O}_{96}).24\text{H}_2\text{O}$
9	Filipsit	$(\text{Na},\text{K})_{10}(\text{Al}_{10}\text{Si}_{22}\text{O}_{64}).20\text{H}_2\text{O}$
10	Natrolit	$\text{Na}_4(\text{Al}_4\text{Si}_6\text{O}_{20}).4\text{H}_2\text{O}$
11	Wairakit	$\text{Ca}(\text{Al}_2\text{Si}_4\text{O}_{12}).12\text{H}_2\text{O}$

Zeolit sintetis adalah zeolit yang dibuat secara rekayasa dengan sedemikian rupa sehingga didapatkan sifat yang lebih baik dari zeolit alam. Prinsip dasar produksi zeolit sintestis adalah

komponennya yang terdiri dari silika dan alumina, sehingga dapat disintesis dari berbagai bahan baku yang mengandung kedua unsur di atas. unsur-unsur lain dalam zeolit juga ditambahkan dengan mudah menggunakan senyawa murni, sehingga zeolit sintesis memiliki komposisi yang tetap dengan tingkat kemurnian yang tinggi. Dalam perkembangan penelitian, telah dikenal beragam zeolit sintesis dan beberapa diantara dapat dilihat pada Tabel 2.3.

Tabel 2.3 Rumus Oksida Beberapa Jenis Zeolit Sintesis (Georgiev dkk., 2009)

No	Zeolit	Rumus Oksida
1	Zeolit A	$\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 4,5\text{H}_2\text{O}$
2	Zeolit N-A	$(\text{Na}, \text{TMA})_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 4,8\text{SiO}_2 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ TMA - $(\text{CH}_3)_4\text{N}^+$
3	Zeolit H	$\text{K}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$
4	Zeolit L	$(\text{K}_2\text{Na}_2)\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 6\text{SiO}_2 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$
5	Zeolit X	$\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2,5\text{SiO}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$
6	Zeolit Y	$\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 4,8\text{SiO}_2 \cdot 8,9\text{H}_2\text{O}$
7	Zeolit P	$\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2-5\text{SiO}_2 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$
8	Zeolit O	$(\text{Na}, \text{TMA})_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 7\text{SiO}_2 \cdot 3,5\text{H}_2\text{O}$ TMA - $(\text{CH}_3)_4\text{N}^+$
9	Zeolit Q	$(\text{Na}, \text{TMA})_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 7\text{SiO}_2 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ TMA - $(\text{CH}_3)_4\text{N}^+$
10	Zeolit ZK-4	$0,85\text{Na}_2\text{O} \cdot 0,15(\text{TMA})_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3,3\text{SiO}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$
11	Zeolit ZK-5	$(\text{R}, \text{Na}_2)\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 4-6\text{SiO}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

Pembuatan zeolit sintesis terus dikembangkan dengan fokus bahan baku dan metode. Dari segi bahan baku utama, digunakan dua jenis bahan baku yakni bahan baku sintetik dan bahan baku limbah.

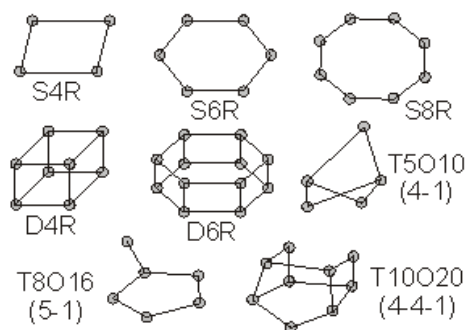
2.3.2 Struktur Zeolit

Struktur zeolit memiliki unit bangun primer (*primary building unit*), unit bangun sekunder (*secondary building units*), dan unit bangun tersier (*teritary building unit*). Unit bangun primer pada zeolit adalah di mana atom Si dan Al dalam bentuk tetrahedral.

Sedangkan unit bangun sekunder (UBS) pada zeolit adalah susunan geometrik dari beberapa tetrahedral pada zeolit.

Unit bangun primer terdiri dari 4 atom oksigen yang mengelilingi atom pusat Si^{4+} atau Al^{3+} . Unit bangun primer ini akan membentuk struktur 3 dimensi, dimana satu atom oksigen dipakai bersama oleh dua tetrahedral. Unit bangun primer tersebut akan membentuk kerangka unit bangun sekunder dari suatu zeolit yang terdiri dari satu atau dua cincin tetrahedral membentuk struktur tiga dimensi. Beberapa UBS yang terbentuk akan bergabung dan dapat menghasilkan jenis struktur kristal zeolit. Struktur kristal zeolit ini akan membentuk berbagai kerangka zeolit yang memiliki rongga atau pori-pori dengan ukuran yang bervariasi seperti zeolit T, zeolit A, zeolit X, zeolit Y, ZSM 5 (Payra dkk., 2003). Perbedaan ukuran pori pada zeolit ditentukan oleh unit bangun sekunder yang menyusun kerangka zeolit tersebut (Baerlocher dkk., 2001; Hirscher, 2009). Keberadaan pori pada struktur zeolit menyebabkan luas permukaan internal menjadi beberapa kali lebih besar daripada permukaan luarnya (Dyer, 1988).

Unit bangun sekunder terbentuk dari unit bangun primer, yaitu bergabungnya dua atau lebih cincin tetrahedral yang akan membentuk struktur tiga dimensi. Cincin yang terbentuk dapat berupa cincin tunggal maupun cincin ganda. Apabila bergabung, unit bangun sekunder ini akan menghasilkan struktur kristal zeolit. Struktur kristal zeolit ini nantinya akan membentuk berbagai kerangka zeolit yang memiliki pori-pori dengan ukuran yang bervariasi. Zeolit hanya dapat diidentifikasi berdasarkan unit bangun sekundernya. Data pada Tabel 2.4 merupakan contoh dari unit bangun sekunder dan pada Gambar 2.3 merupakan gambar dari unit bangun sekunder.



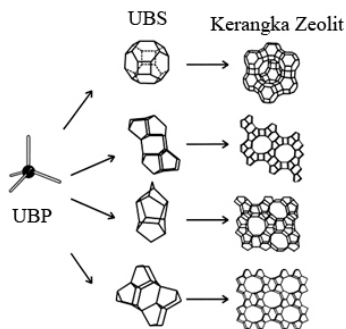
Gambar 2.3 Unit Bangun Sekunder Zeolit
(Georgieve, 2009).

Tabel 2.4 Contoh Unit Bangun Sekunder Zeolit

No.	Jumlah tetrahedral yang bergabung	Pembentuk Unit Bangun Sekunder	Jenis UBS
1	4	4 cincin oksigen	S4R
2	5	5 cincin oksigen	S5R
3	6	6 cincin oksigen	S6R
4	8	8 cincin oksigen	S8R
5	8	4-4 cincin oksigen	D4R
6	12	6-6 cincin oksigen	D6R
7	16	8-8 cincin oksigen	D8R

Unit bangun tersier merupakan gabungan dari unit bangun sekunder yang akan membentuk struktur tiga dimensi dan dari gabungan tersebut akan didapatkan struktur yang berbeda-beda.

Unit bangun tersier merupakan suatu polihedral besar yang simetris dan tersusun dari tetrahedral- tetrahedral. Unit bangun tersier inilah yang nantinya membentuk kerangka zeolit. Gambar 2.4 menunjukkan unit bangun tersier pada suatu zeolit.



Gambar 2.4 Unit Bangun Tersier Zeolit

(Weitkamp dkk., 1995).

2.3.3 Sintesis Zeolit

St Claire Deville mensintesis zeolit dengan metode hidrotermal pertama *levynite* (LEV) pada tahun 1862. Selain itu pada tahun 1882 dilakukan sintesis *analcime* (ANA) oleh Schulten. Pada akhir tahun 1940, Milton dan rekannya mensintesis zeolit A (LTA), X (FAU), dan P (GIS) dengan cara kristalisasi hidrotermal dari gel aluminosilikat. Tercatat pada tahun 1948, telah disintesis zeolit pertama dengan bahan sintesis yang dilaporkan sukses beberapa tahun berikutnya. Penelitian pertama kali dilakukan pada konversi fase mineral dalam larutan garam kuat pada suhu tinggi (sekitar 170-2700°C) (Barrer, 1982).

Sintesis zeolit dapat dilakukan melalui proses hidrotermal. Proses pembentukan zeolit dapat menggunakan metode hidrotermal dengan bahan utamanya adalah aluminat silikat (gel)

dan berbagai logam sebagai kation. Logam alkali reaktif pada suhu 1000°C dan tekanan (autogenus) di bawah kondisi alkali tanah (pH biasanya diatas 12).

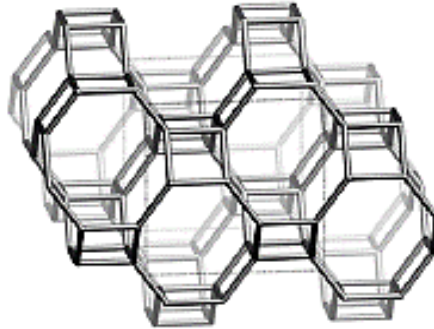
Secara umum, zeolit disintesis dengan mencampurkan logam alkali, aluminium hidroksida, dan sol silika. Selain itu zeolit bisa juga disintesis dengan mencampurkan logam alkali, larutan aluminat, dan sol silika. Silika dan aluminat dijadikan gel terlebih dahulu dengan metode sol-gel, tetapi gel harus dipanaskan terlebih dahulu pada suhu 373K. Pada kondisi ini, fase kristalin dari alumino-silikat akan muncul. Sebagai contoh, sintesis dari zeolit A ($\text{Na}_{12}[\text{AlO}_2]_{12}(\text{SiO}_2)_{12} \cdot 27\text{H}_2\text{O}$) dibuat dengan melarutkan $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ alumina terhidrat ke dalam larutan natrium hidroksida. Kemudian, campuran yang terbentuk dicampurkan dengan larutan natrium metasilikat, $\text{Na}_2\text{SiO}_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$, dan akan terbentuk gel berwarna putih. Gel tersebut diletakkan pada *autoclave* dipanaskan sampai suhu 363K selama 6 jam. setelah itu akan terbentuk zeolit A (Moore, 1993). Sifat fisik dari reaktan, jenis kation, komposisi gel, serta kondisi kristalisasi sangat menentukan struktur zeolit yang dihasilkan (Breck, 1987).

2.3.4 Sintesis Zeolit Na-P

Zeolit Na-P merupakan salah satu jenis zeolit yang tersusun dari kerangka (*framework*) tipe gismondine (GIS) dengan ikat silang 0,31 nm x 0,44 nm dalam [100] dan 0,26 nm x 0,49 nm dalam [010] (Albert dkk, 1998). Zeolit Na-P memiliki kerangka tiga dimensi tetrahedral SiO_4 dan AlO_4 yang bergabung membentuk oktahedral dan memiliki muatan negatif. Kerangka tipe Gismondine (GIS) ditunjukkan pada Gambar 2.5.

Zeolit Na-P memiliki ukuran pori yang kecil sehingga dapat digunakan digunakan dalam pemisahan molekul kecil gas atau padatan (Kakansson dkk., 1990), menghilangkan senyawa yang

berbahaya dan radioaktif dari suatu limbah (Cs, Sr, Ba, Pb, dan U), mengurangi kadar logam dari limbah air, dan sebagai bahan pembuatan detergen yang ramah lingkungan (Albert dkk., 1998).



Gambar 2.5 Kerangka (*framework*) tipe gismondine (GIS)
(Hansen, 1993).

Zeolit Na-P dapat disintesis dari berbagai macam prekursor dan metode. Sathupunya dkk, (2002) mensintesis zeolit Na-P dari tanah liat pada suhu kristalisasi 85°C , selain itu dapat digunakan natrium silikat sebagai prekursor dengan perlakuan gelombang mikro (Murayama, 2002). Sintesis zeolit Na-P berhasil disintesis oleh Hildebrando dkk, (2014) menggunakan limbah kaolin dan limbah metakaolin dari Amazon dengan rasio molar $3 \text{ Na}_2\text{O} : \text{Al}_2\text{O}_3 : 3,5\text{-}5 \text{ SiO}_2 : \text{H}_2\text{O}$ yang dihidrotermal pada suhu $90, 95, 100$ dan 115°C selama 20 jam dan dihidrotermal pada suhu 90°C selama 6, 20, 24 dan 48 jam. Selain itu, Bohra dkk (2013) menggunakan abu sekam padi dengan komposisi molar $2,1 \text{ Na}_2\text{O} : \text{Al}_2\text{O}_3 : 3,8 \text{ SiO}_2 : 50 \text{ H}_2\text{O}$ melalui proses hidrotermal pada suhu 100°C selama 48, 72, dan 96 jam. Beberapa sintesis zeolit Na-P yang telah berhasil disintesis disajikan pada Tabel 2.5 berikut.

Tabel 2.5 Hasil Sintesis Zeolit Na-P

Bahan Baku	Parameter			Referensi
	Metode	Suhu (°C)	Waktu (jam)	
NaOH, NaAlO ₂ , aqua demineralisasi	Hidrotermal	90-95 150	7, 12, 14, 17	Hansen, 1993
Abu layang batubara, NaOH, aqua demineralisasi	Sonokimia	100	4	Aldahri, 2016
Klinoptilolit, NaOH, aqua demineralisasi	Sonokimia	90	5	Behin, 2016
NaOH, NaAlO ₂ , NaSiO ₃ , aqua demineralisasi	Hidrotermal	100	48	Huo, 2012
Ludox, NaOH, <i>Aluminium-tri-sec- butylate</i> , aqua demineralisasi	Sonokimia	Suhu ruang	3	Pal, 2012
Diatomit, NaOH, Al(OH) ₃ , aqua demineralisasi	<i>Water-bath</i>	90	4, 6, 8, 10, 12, 24	Du, 2010

2.4 Metode Hidrotermal

Istilah hidrotermal mengacu pada reaksi heterogen dalam pelarut berair atau *mineralizer* di bawah tekanan tinggi dan pengkondisian suhu untuk melarutkan dan merekristalisasi bahan yang relatif tidak larut dalam kondisi biasa.

Pada metode hidrotermal, air adalah unsur yang sangat penting dan digunakan sebagai *mineralizer*. Air menunjukkan sifat yang unik, terutama dalam kondisi superkritis. Mineral yang dimasukkan (biasanya disebut dengan *nutrient*) ke dalam pelarut

air akan mengalami reaksi, dan kristal akan tumbuh sesuai dengan gradien temperatur pada *autoclave* tersebut. Daerah yang lebih panas akan melarutkan *nutrient*, sedangkan daerah yang lebih dingin akan menjadi tempat tumbuhnya kristal.

Metode hidrotermal banyak diaplikasikan dalam proses sintesis karena memiliki beberapa keunggulan pada pertumbuhan kristal. Kelebihan ini sangat penting untuk efisiensi dalam teknologi pengembangan kristal tunggal yang lebih besar dan lebih murni (Byrappa, 2001).

Salah satu contoh penggunaan metode hidrotermal adalah pada sintesis zeolit yang mengandung ion natrium dengan mencampurkan seperti natrium silikat ($\text{Na}_2\text{O} \cdot x\text{SiO}_2$) dan natrium aluminat $[\text{NaAl}(\text{OH})_4]$ dalam medium dasar dengan pengadukan untuk membentuk gel homogen, *aging*, pengeringan dan kalsinasi untuk membentuk produk akhir (Walujodjati, 2008).

Secara umum, waktu hidrotermal berpengaruh terhadap pembentukan zeolit dan kristalisasinya. Melalui peningkatan waktu hidrotermal ini, dapat diketahui pula perubahan ukuran partikel (Kartimi dkk., 2012), pertumbuhan kristal (Wang dkk., 2007), serta perubahan fase yang terbentuk (Rustam, 2013).

2.5 Karakterisasi

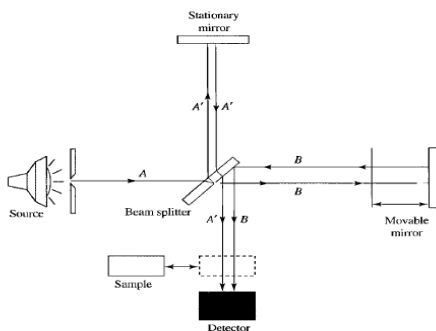
2.5.1 Fourier Transform Infrared (FTIR)

Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR) merupakan salah satu dari perkembangan teknik spektroskopi terbaru yang digunakan untuk identifikasi senyawa serta pengukuran konsentrasi pada banyak sampel. FTIR digunakan untuk mengukur frekuensi getaran dari ikatan kimia antara atom dengan teknik pengumpulan spektra inframerah dan menghitung intensitas terhadap panjang gelombang atau bilangan gelombang (cm^{-1}). Analisis dengan metode ini didasarkan pada molekul yang memiliki frekuensi

khusus yang dihubungkan dengan vibrasi internal dari atom gugus fungsi.

Pengukuran spektroskopi FTIR standar berlangsung pada 7000-400 cm^{-1} tetapi juga dapat mencapai 50 cm^{-1} dengan menggunakan tambahan sumber sinar, optik dan detektor. Spektroskopi FTIR mendeteksi vibrasi spesifik dari suatu gugus fungsi dalam suatu sampel. Ketika sinar inframerah berinteraksi dengan materi, ikatan kimia akan mengalami vibrasi, *stretching*, atau *bending*. Sebagai hasilnya, gugus fungsi akan mengadsorpsi sinar inframerah dalam rentang panjang gelombang yang spesifik untuk setiap gugus fungsi (Skoog dkk., 2014).

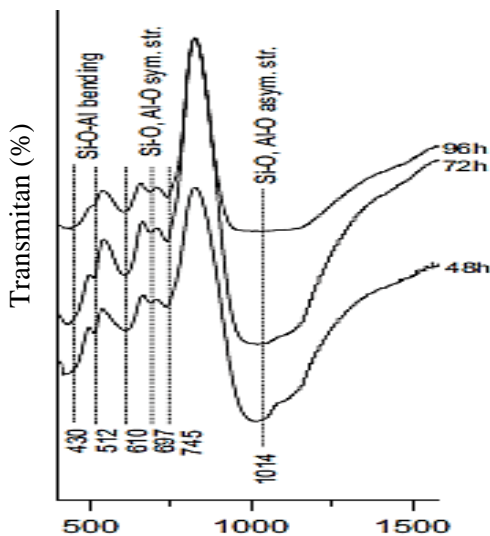
Cara kerja alat ini ditunjukkan pada Gambar 2.6 yaitu sinar inframerah dengan frekuensi tertentu dilewatkan pada interferometer. Setelah melewati sampel, akan terukur sinyal yang disebut interferogram. Sinyal yang dihasilkan ini diolah menggunakan metode matematika *Fourier Transform*, sehingga dihasilkan spektrum yang sama dengan spektrum yang dihasilkan dari spektroskopi inframerah konvensional.



Gambar 2.6 Skema Kerja FTIR

(Skoog dkk., 2014).

Hasil dari analisis menggunakan spektroskopi inframerah ini digambarkan dengan spektrum yang menampilkan plot absorbansi atau transmittan energi dari sinar yang dipancarkan versus bilangan gelombang (Sibilia, 1996). Gambar 2.7 menunjukkan contoh spektra inframerah dan puncak serapan zeolit Na-P yang disintesis oleh Bohra (2013).



Gambar 2.7 Spektra Inframerah Zeolit Na-P

(Bohra, 2013).

Pada spektra tersebut, terdapat puncak serapan pada 1014 cm^{-1} yang merupakan serapan dari vibrasi ulur asimetris Al-O-Si. Puncak serapan pada 610 , 697 , dan 745 cm^{-1} merupakan serapan dari vibrasi ulur simetris kerangka Al-O-Si. Puncak serapan pada 578 cm^{-1} menunjukkan vibrasi eksternal cincin ganda yang berhubungan dengan struktur FAU. Pita serapan pada $430 - 512 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan vibrasi tekuk simetris kerangka TO_4 ($\text{T}=\text{Si}, \text{Al}$).

2.5.2 X-ray Diffraction (XRD)

Metode XRD (*X-Ray Diffraction*) merupakan suatu metode analisis kualitatif untuk mengetahui jenis suatu mineral yang terbentuk dan kristalinitasnya.

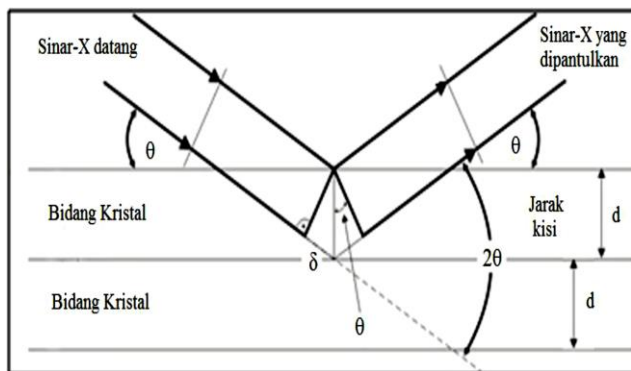
Analisis menggunakan alat difraktometer sinar-X didasarkan pada pola difraksi dari paduan atau senyawa yang dihasilkan oleh proses difraksi, ukuran panjang gelombang sinar-X harus tidak berbeda jauh dengan jarak antar atom di dalam kristal, sehingga pola berulang dari kisi kristal akan berfungsi seolah-olah seperti kisi difraksi untuk panjang gelombang sinar-X.

Prinsip kerja XRD adalah radiasi sinar-X yang ditembakkan ke suatu sampel akan berinteraksi dengan elektron dalam atom-atom sampel. Interaksi ini akan menghasilkan suatu hamburan cahaya sesuai dengan bentuk, struktur dan keteraturan kristal-kristal sampel. Gelombang-gelombang hasil interaksi pada struktur kristal yang sama akan saling menguatkan pola atau difraktogram XRD yang sama.

Sinar-X yang didifraksikan oleh setiap kristal mineral bersifat spesifik, dan bergantung bagaimana atom menyusun kisi kristal mineral tersebut serta bagaimana atom sejenis tersusun. Ketika sinar ditembakkan pada permukaan sampel pada sudut θ , sebagian dihamburkan oleh lapisan atom-atom di permukaan. Bagian yang tidak dihamburkan akan menembus menuju lapisan kedua atom-atom dan dihamburkan sebagian sehingga yang tidak terhambur selanjutnya akan lewat menuju lapisan ketiga dan seterusnya. Maka jarak antar atom pada lapisan permukaan kristal dapat ditentukan berdasarkan hukum Bragg, yaitu :

$$n\lambda = 2d \sin \theta \quad (2.4)$$

di mana n merupakan orde sinar bilangan bulat dan merupakan tingkat difraksi sinar-X, λ yakni panjang gelombang yang dihasilkan oleh katoda yang digunakan, seperti $\text{CuK}\alpha = 1,5414 \text{ \AA}$, sedangkan d merupakan jarak antara batas lapisan permukaan dan θ merupakan sudut difraksi sinar-X terhadap permukaan kristal. Untuk mengetahui keadaan sinar datang dan sinar refleksi dari difraksi suatu bidang kristal dapat dilihat pada Gambar 2.8.

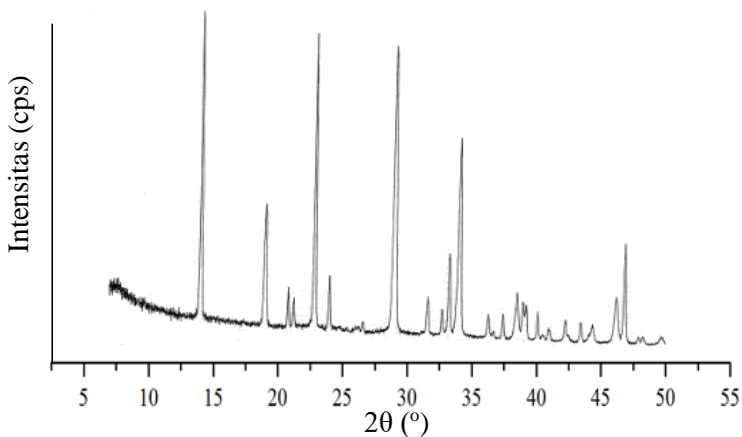


Gambar 2.8 Sudut Difraksi Sinar-X

(Sibilia, 1996).

Pada material kristalin, atom-atom penyusunnya tersusun menyerupai bidang-bidang dengan jarak antar bidang yang tertentu dan setiap atom dapat memantulkan berkas sinar-X. Susunan atom yang teratur ini tidak terdapat pada amorf, karena pada material amorf atom penyusunnya tersusun secara acak. Pola difraksi sinar-X dari suatu material kristalin sesuai dengan struktur kristalnya. Hasil dari analisis menggunakan XRD digambarkan dengan sebuah difraktogram yang menampilkan plot sudut 2θ versus intensitas.

Karakterisasi *X-ray Diffraction* (XRD) dilakukan untuk mengetahui bentuk dan letak elektron dalam susunan kristal suatu zeolit (Skoog dkk., 2007). Selain itu, XRD juga berfungsi untuk mengetahui pembentukan fase dari zeolit melalui kesesuaian difraktogram dengan standar sehingga dapat diketahui berhasil tidaknya suatu sintesis. Gambar 2.9 merupakan contoh hasil analisa dari zeolit Na-P menggunakan XRD.



Gambar 2.9 Difraktogram Zeolit Na-P

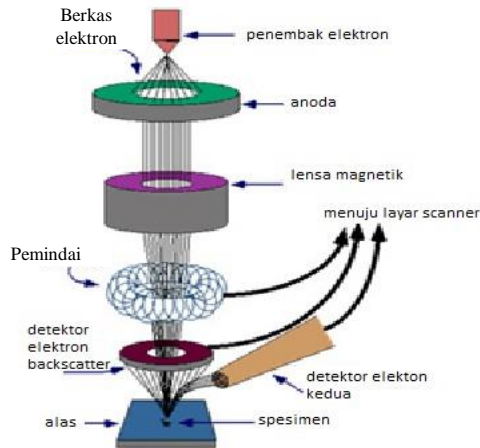
(Hansen, 1993).

Gambar 2.9 merupakan contoh dari difraktogram zeolit Na-P. Puncak khas zeolit Na-P pada difraktogram XRD tersebut muncul pada $2\theta = 12,5; 17,8; 21,7; 28,2; 32,5; 33,4; 38,1; 46,2^\circ$. Puncak tertinggi dari kristal zeolit Na-P muncul pada $2\theta = \sim 12^\circ$ (Hansen, 1993).

2.5.3 *Scanning Electron Microscopy – Energy Dispersive X-ray (SEM-EDX)*

Analisa *Scanning Electron Microscopy* (SEM) merupakan alat sejenis mikroskop yang mampu memberikan informasi morfologi padatan dengan elektron sebagai pengganti dari cahaya. Analisis SEM berguna untuk mempelajari topografi material yang meliputi tekstur atau sifat permukaan, morfologi, bentuk, ukuran dan susunan partikel penyusun material yang berada pada permukaan sampel (Gedde, 1995). SEM dapat menghasilkan gambar 3 dimensi karena kedalaman fokus alatnya. Kebanyakan alat SEM mempunyai jangkauan perbesaran dari 20 sampai 100.000 kali. Kelebihan SEM terletak pada fleksibilitas yang melekat karena pembangkitan sinyal ganda, proses pembentukan gambar yang mudah, rentang pembesaran yang lebar, dan bidang kedalaman yang luar biasa (Whyman, 1996).

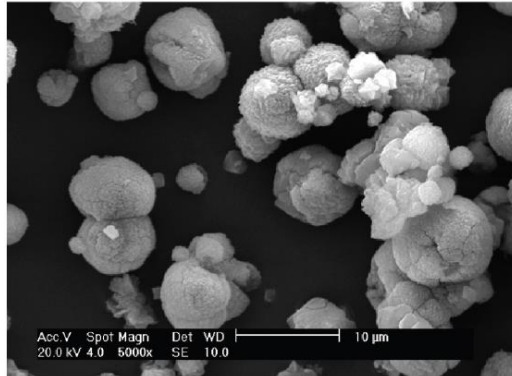
Prinsip kerja dari SEM ditunjukkan dengan Gambar 2.10. Elektron dari elektron *gun* dialirkan dengan percepatan 5-50 keV yang difokuskan pada daerah dengan diameter 50-500 Å pada permukaan sampel. Pemindaian pada SEM menggunakan *Electron beam* yang memindai permukaan sampel dengan kedalaman lebih dari 1 µm. Lepasnya elektron dan radiasi tergantung pada energinya. *Back-scattered electron* (BSE) keluar dari daerah dengan kedalaman tertentu pada sampel tersebut sehingga BSE tersebut menghindari tumbukan kedua setelah adanya *back-scattered* awal. Lepasnya elektron pada daerah *secondary* (SE) atau radiasi emisi lebih mudah karena memiliki energi yang lebih rendah daripada sinar datang (West, 2014).



Gambar 2.10 Prinsip Kerja SEM

(Ewing, 1985).

Pembentukan foto SEM dipengaruhi oleh sinyal elektron permukaan suatu padatan yang dihasilkan dari sinar elektron dan interaksi antar spesi. SEM dapat digunakan untuk mengkarakterisasi logam, keramik, polimer, komposit maupun material biologi (Sibilia, 1996). Dengan prinsip kerja tersebut, SEM dapat digunakan untuk menguji dan menganalisis struktur morfologi dan karakterisasi komposisi kimia seperti struktur dan bentuk pori yang terdapat pada permukaan sampel tersebut dapat diketahui dengan jelas. Adapun analisis morfologi zeolit Na-P diperlihatkan pada Gambar 2.11. morfologi kristal terlihat berbentuk tidak beraturan dengan ukuran partikel kurang dari 5 μm (Behin, 2016).



Gambar 2.11 Morfologi Zeolit Na-P

(Hildebrando, 2014).

Metode pengoperasian SEM dilengkapi dengan instrumen *Energy Dispersive X-ray* (EDX), yaitu instrumen yang berguna untuk mendapatkan informasi tentang komposisi unsur yang terdapat pada sampel padatan. Instrumen SEM yang dilengkapi dengan detektor EDX, sangat berperan untuk mengidentifikasi unsur dan memetakan distribusi unsur pada sampel (West, 1984).

Pada prinsipnya SEM-EDX merupakan sistem analisis yang menggabungkan SEM dan EDX kedalam satu unit yang dirancang pada konsep pengembangan produk sehingga memungkinkan analisis untuk mencapai pengamatan cepat, jelas dan akurat. Analisis EDX didasarkan pada interaksi material dengan radiasi elektromagnetik yang dihasilkan ketika ditembak oleh berkas elektron. Sampel yang ditembak dengan berkas elektron akan memancarkan radiasi sinar-X yang nilai energinya dapat diukur oleh EDX. Energi sinar-X ini sesuai dengan perbedaan energi antar kedua kulit suatu unsur. Oleh karena itu, komposisi unsur dari suatu sampel dapat diketahui (Behera, 2009).

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Alat dan Bahan

3.1.1 Alat

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini antara lain *beaker glass*, kaca arloji, pipet tetes, sendok besi, cawan *crucible*, neraca analitis, pengaduk magnetik (*magnetic stirrer*), *hotplate*, botol plastik *high density polyethylene* (HDPE), oven, *muffle furnace*, kertas indikator pH universal. Instrumen yang digunakan pada penelitian ini adalah *X-ray Diffraction* (XRD) PANalytical type Xpert Pro, *Fourier Transform Infrared* (FTIR) Shimadzu Instrument Spectrum One 8400S, *Scanning Electron Microscopy* (SEM) ZEISS EVO MA 10 dan *Energy Dispersive X-ray* (EDX) BRUKER 129 EV.

3.1.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini antara lain kaolin Bangka Belitung (54,90% SiO₂ dan 36% Al₂O₃, wt% dianalisa menggunakan XRF), ludox (30% SiO₂ dan 70% H₂O, wt%), natrium hidroksida (NaOH ≥99%, Merck), dan aqua demineralisasi.

3.2 Prosedur Kerja

Pada penelitian ini dilakukan sintesis zeolit Na-P berbahan dasar kaolin Bangka Belitung dan bahan murni. Prosedur dan komposisi molar bahan yang digunakan untuk sintesis zeolit Na-P mengacu pada penelitian yang telah dilakukan oleh Ginter (1992) dengan komposisi molar bahan yang digunakan adalah 4Na₂O : Al₂O₃ : 10SiO₂ : 180H₂O. Sintesis zeolit Na-P dari kaolin Bangka Belitung melalui proses preparasi metakaolin, pembuatan gel, dan

proses hidrotermal. Pada penelitian ini digunakan variasi waktu hidrotermal 24, 48 dan 72 jam.

3.2.1 Preparasi Metakaolin

Kaolin Bangka Belitung berbentuk serbuk dan berwarna putih keabu-abuan ditimbang sebanyak 15 gram dengan neraca analitik dan diletakkan pada *crucible*, kemudian dimasukkan ke dalam *muffle furnace* dan dikalsinasi pada suhu 720°C selama 4 jam mengacu pada penelitian yang telah dilakukan oleh Qiang dkk. (2010). Metakaolin yang dihasilkan selanjutnya dikarakterisasi menggunakan *X-ray Diffraction* (XRD), dan *Fourier Transform Infrared* (FTIR).

3.2.2 Sintesis Zeolit Na-P

Pada proses sintesis zeolit Na-P, komposisi molar bahan yang digunakan mengacu pada penelitian yang telah dilakukan oleh Ginter (1992) yaitu $4\text{Na}_2\text{O} : \text{Al}_2\text{O}_3 : 10\text{SiO}_2 : 180\text{H}_2\text{O}$. Pada penelitian ini digunakan resep sebesar 1/100 dari resep awal yang bertujuan untuk efisiensi penggunaan bahan penelitian. Sintesis diawali dengan penimbangan bahan-bahan sesuai dengan komposisi molar bahan. Sebanyak 3,2 gram natrium hidroksida *pellet* (99% p.a) dimasukkan ke dalam *beaker glass* 50 mL dan ditambahkan aqua demineralisasi sebanyak 21,97 mL, diaduk menggunakan *magnetic stirrer* hingga larut. Setelah NaOH larut sempurna, ditambahkan 2,83 gram metakaolin dan diaduk hingga homogen. Campuran dituang sedikit demi sedikit ke dalam botol HDPE 250 mL yang telah diisi ludox sebanyak 14,84 mL dan diaduk selama 30 menit (gumpalan yang terbentuk larut sempurna). Gel yang terbentuk selanjutnya diperam (*aging*) pada suhu ruang selama 24 jam.

Selanjutnya gel dimasukkan ke dalam oven untuk proses hidrotermal pada suhu 100°C dengan variasi waktu selama 24, 48,

dan 72 jam. Proses hidrotermal menghasilkan padatan zeolit dan filtrat. Hasil hidrotermal yang didapat kemudian disaring menggunakan kertas saring dan corong pisah untuk memisahkan padatan dengan filtratnya, kemudian dicuci menggunakan aquademineralisasi hingga pH netral atau ± 7 . Selanjutnya padatan dikeringkan pada suhu 100°C selama 6 jam. Padatan yang diperoleh dikarakterisasi menggunakan *X-ray Diffraction* (XRD) dan *Fourier Transform Infrared* (FTIR) dan SEM-EDX (*Scanning Electron Microscopy – Energy Dispersive X-ray*).

3.3 Karakterisasi Hasil Sintesis

Karakterisasi padatan yang dihasilkan menggunakan *X-ray Diffraction* (XRD), *Fourier Transform Infrared* (FTIR), dan SEM-EDX (*Scanning Electron Microscopy – Energy Dispersive X-ray*).

3.3.1 *Fourier Transform Infrared* (FTIR)

Spektroskopi inframerah digunakan untuk mengkarakterisasi padatan hasil sintesis sehingga dapat diketahui gugus fungsi yang ada pada padatan hasil sintesis. Sampel dianalisis pada bilangan gelombang $1500\text{--}400\text{ cm}^{-1}$. Masing-masing sampel ditambahkan dengan KBr sebagai pendispersi (rasio cuplikan : KBr = 1 : 99). Keduanya dihaluskan dan dibentuk *pellet* kemudian diletakkan pada *sample holder* dan dianalisa dengan spektrofotometer inframerah.

3.3.2 *X-ray Diffraction* (XRD)

Padatan hasil sintesis dikarakterisasi dengan difraktometer sinar-X untuk mengetahui intensitas kristal. Sebanyak 1 gram sampel padatan ditumbuk sampai halus kemudian diletakkan pada *sample holder* dan diratakan. Selanjutnya dikarakterisasi menggunakan difraktometer sinar-X dengan sumber radiasi sinar

$\text{CuK}\alpha$, $\lambda = 1.54056 \text{ \AA}$, pada 40 kV dan 30 mA dan 2θ antara $5\text{--}50^\circ$ (Kulkarni, 1982) dengan kecepatan scan $0.04^\circ/\text{detik}$.

3.3.3 Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-ray (SEM-EDX)

Sebelum dilakukan analisis, sampel terlebih dahulu diletakkan pada alas *carbon tape* dan dilakukan proses *coating* dengan Pd/Au selama 15 menit pada tekanan 6×10^{-2} mBar. Analisis SEM (SEM ZEISS EVO MA 10) digunakan untuk mengetahui morfologi dari sampel yang telah disintesis dan untuk mengetahui kandungan unsur yang terdapat pada padatan hasil sintesis digunakan EDX (BRUKER 129 EV).

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

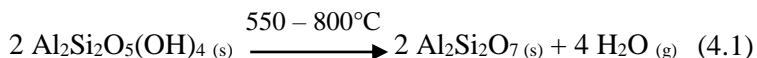
Pada penelitian ini telah disintesis zeolit Na-P dengan bahan baku kaolin Bangka Belitung yang dikalsinasi menghasilkan metakaolin dengan komposisi molar bahan yang digunakan merujuk pada penelitian yang telah dilakukan Ginter (1992) yaitu $4 \text{ Na}_2\text{O} : \text{Al}_2\text{O}_3 : 10\text{SiO}_2 : 180\text{H}_2\text{O}$. Kristalinitas hasil sintesis dapat dilihat dengan variasi waktu hidrotermal 24, 48, dan 72 jam. Padatan hasil sintesis dikarakterisasi dengan *X-ray Diffraction* (XRD) untuk mengetahui struktur dan fase kristal, *Fourier Transform Infrared* (FTIR) untuk mengetahui gugus fungsi dan jenis vibrasinya, dan *Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-ray* (SEM-EDX) untuk mengetahui morfologi dan kandungan unsur yang ada di dalam padatan hasil sintesis.

4.1 Preparasi Metakaolin

Preparasi metakaolin dilakukan melalui proses kalsinasi. Kaolin Bangka Belitung dikalsinasi dengan pemanasan pada suhu 720°C selama 4 jam untuk menghasilkan fase metakaolin. Hal ini merujuk pada penelitian yang dilakukan oleh Qiang dkk. (2010) yang mengatakan bahwa fase metakaolin diperoleh dari hasil kalsinasi kaolin pada suhu $700\text{--}800^\circ\text{C}$.

Proses kalsinasi tersebut menyebabkan terjadinya perubahan struktur kaolin sehingga terbentuk alumina amorf dan silika amorf (Susetyaningsih dkk., 2008). Selain itu proses kalsinasi juga meningkatkan kereaktifan dari fase metakaolin (Liew dkk., 2011).

Adapun reaksi perubahan fase dari kaolin menjadi metakaolin adalah sebagai berikut :



Persamaan tersebut menunjukkan perubahan jumlah molekul oksigen dan hidrogen dari kaolin. Selama proses kalsinasi struktur kaolin terdegradasi dan dua molekul H_2O akan terdehidroksilasi (Hosseini dkk., 2011). Metakaolin hasil kalsinasi selanjutnya dikarakterisasi dengan difraksi sinar-X (XRD) untuk mengetahui struktur dan fase metakaolin serta dilakukan karakterisasi menggunakan spektroskopi inframerah untuk mengetahui gugus fungsi Si-Al dari metakaolin hasil kalsinasi.

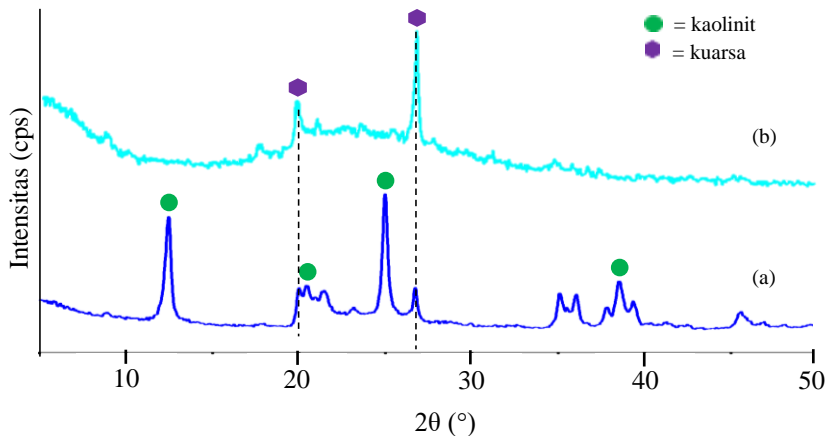
4.1.1 Karakterisasi Metakaolin Bangka Belitung

4.1.1.1 Karakterisasi Menggunakan XRD

Karakterisasi menggunakan difraksi sinar-X (XRD) dilakukan untuk mengetahui struktur dan fase yang terdapat dalam sampel metakaolin.

Menurut Kahraman (2005) kaolin yang dikarakterisasi menggunakan XRD memiliki puncak khas kaolinit yang terletak pada $2\theta = 12,33; 20,34; 24,85; \text{ dan } 38,42^\circ$. Sampel kaolin Bangka Belitung hasil analisis memiliki puncak khas fase kaolinit pada $2\theta = 12,53; 20,48; 24,92; \text{ dan } 38,56^\circ$ seperti yang terlihat pada Gambar 4.1.

Pola difraktogram menunjukkan bahwa sampel metakaolin tidak memberikan puncak-puncak yang khas selain dari puncak-puncak kuarsa akibat proses kalsinasi pada suhu 720°C . Interaksi ikatan antarlapisnya akan mengalami perubahan struktur dan mudah putus dengan pemanasan. Struktur kristalnya berubah menjadi amorf disebabkan tidak cukup kuat ikatan Si-O dan Al-O pada mineral kaolin sehingga menjadikan metakaolin lebih reaktif. Mineral kuarsa tidak mengalami perubahan karena berada pada struktur yang sangat stabil dan akan berubah struktur pada suhu yang lebih tinggi yaitu 1200°C . Pada difraktogram sampel metakaolin, puncak kuarsa muncul pada $2\theta = 19,69 \text{ dan } 26,64^\circ$.

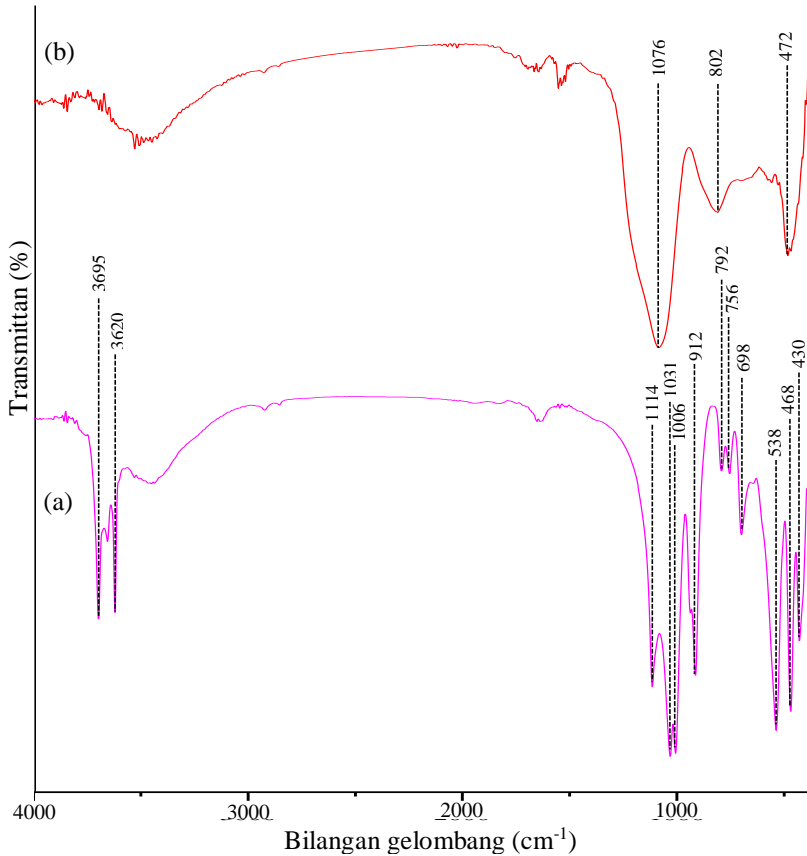


Gambar 4.1 Difraktogram XRD Sampel a) Kaolin b) Metakaolin

4.1.1.2 Karakterisasi Menggunakan FTIR

Fourier Transform Infrared (FTIR) digunakan untuk mengetahui gugus Si-Al pada metakaolin Bangka Belitung hasil kalsinasi. Gambar 4.2 merupakan spektra inframerah sampel kaolin dan metakaolin. Pada spektra inframerah sampel kaolin menunjukkan puncak karakteristik kaolinit pada bilangan gelombang 430, 468, 538, 698, 756, 792, 912, 1006, 1031, dan 1114 cm^{-1} . Menurut Rustam dkk. (2013) pita absorpsi kaolin yang muncul pada bilangan gelombang sekitar 536 cm^{-1} menunjukkan adanya vibrasi ikatan Al-O pada $\text{Al}[\text{O}(\text{OH})]_6$, sedangkan menurut Chandrasekar (1996) pada bilangan gelombang 430, 693, 752, 794, 1035, 1096, dan 1114 cm^{-1} terdapat adanya vibrasi ikatan Si-O pada SiO_4 . Alkan dkk. (2005) melaporkan bahwa pada serapan pada daerah bilangan gelombang sekitar 1115 dan 1008 cm^{-1} terdapat vibrasi Si-O-Si, pada serapan daerah bilangan gelombang

795 dan 697 cm^{-1} menunjukkan vibrasi Al-O-H, dan pada serapan bilangan gelombang 469 dan 430 cm^{-1} terdapat vibrasi ikatan Si-O.



Gambar 4.2 Spektra Inframerah Sampel a) Kaolin b) Metakaolin

Spektra sampel metakaolin memiliki perbedaan dengan spektra sampel kaolin dimana terlihat adanya perubahan pada puncak serapan sampel metakaolin. Spektra pada sampel metakaolin jauh lebih sederhana dibandingkan spektra sampel kaolin. Puncak yang

teridentifikasi pada sampel metakaolin muncul pada daerah serapan bilangan gelombang 1076, 802, dan 472 cm^{-1} . Menurut Rasouli (2015) terdapat vibrasi gugus simetris Si-O-T (T=Al atau Si) pada puncak serapan daerah bilangan gelombang 1088 cm^{-1} , sedangkan pada daerah bilangan gelombang 802 cm^{-1} menunjukkan vibrasi Si-O-T dan pada serapan daerah bilangan gelombang 472 cm^{-1} terdapat vibrasi ikatan Si-O.

Puncak serapan gugus -OH pada daerah bilangan gelombang sekitar 3600 cm^{-1} tidak muncul dalam spektra sampel metakaolin. Hal ini terjadi karena dehidroksilasi pada saat kalsinasi yang melibatkan suhu tinggi. Dehidroksilasi adalah hilangnya molekul air yang diserap pada kisi-kisi kristal dari mineral kaolin membentuk metakaolin (Hosseini dkk., 2011).

Hasil analisis data FTIR dan XRD yang diperoleh dapat disimpulkan bahwa terjadi perubahan komposisi unsur penyusun struktur dan perubahan gugus fungsional dari kaolin dan metakaolin sehingga metakaolin menjadi lebih reaktif dibandingkan dengan kaolin.

4.2 Sintesis Zeolit Na-P

Sintesis zeolit Na-P dari kaolin Bangka Belitung menggunakan komposisi molar bahan yang mengacu pada penelitian yang telah dilakukan oleh Ginter (1992) yaitu $4\text{Na}_2\text{O} : \text{Al}_2\text{O}_3 : 10\text{SiO}_2 : 180\text{H}_2\text{O}$. Proses *aging* dilakukan selama 24 jam pada suhu ruang dengan variasi waktu hidrotermal 24, 48, dan 72 jam pada suhu 100°C.

Prekursor yang digunakan dalam sintesis zeolit Na-P yaitu kaolin Bangka Belitung yang diubah menjadi metakaolin sebagai sumber alumina dan silika, aqua demineralisasi yang bertindak sebagai pelarut dan sumber H_2O , NaOH sebagai agen *mineralizer* yang berguna untuk mempercepat kristalisasi dengan cara

meningkatkan kelarutannya serta sebagai sumber ion Na^+ (Jumaeri dkk., 2009), dan ludox sebagai sumber silika dan H_2O .

Sintesis diawali dengan penimbangan bahan-bahan sesuai dengan komposisi molar bahan. Natrium hidroksida *pellet* (99% p.a) dimasukkan ke dalam *beaker glass* dan ditambahkan aqua demineralisasi, diaduk menggunakan *magnetic stirrer* hingga larut. Setelah NaOH larut sempurna, ditambahkan metakaolin dan diaduk hingga homogen. Campuran dituang sedikit demi sedikit ke dalam botol HDPE 250 mL yang telah diisi ludox dan diaduk selama 30 menit (gumpalan yang terbentuk larut sempurna).




Setelah semua senyawa larut ditutup botol HDPE dan dilakukan *aging* selama 24 jam pada suhu ruang. *Aging* pada suhu ruang bertujuan untuk memaksimalkan proses nukleasi sehingga terjadi pemutusan ikatan pada kaolin yang dibuktikan dengan berkurangnya kristalinitas kaolin (Rustam, 2013).

Selanjutnya gel dimasukkan ke dalam oven untuk proses hidrotermal pada suhu 100°C dengan waktu selama 24, 48, dan 72 jam. Selama proses hidrotermal terjadi reaksi antara material padatan dengan pelarut air pada tekanan tinggi dalam wadah tertutup (Byrappa dan Yoshimura, 2001). Proses ini bertujuan untuk menumbuhkan inti kristal. Proses hidrotermal menghasilkan padatan zeolit dan filtrat. Hasil hidrotermal yang didapat kemudian disaring menggunakan kertas saring dan corong pisah untuk memisahkan padatan dengan filtratnya, kemudian dicuci menggunakan aquademinalisasi hingga pH netral atau ± 7 . Selanjutnya padatan dikeringkan pada suhu 100°C selama 6 jam. Padatan yang diperoleh dikarakterisasi menggunakan *Fourier Transform Infrared* (FTIR), *X-Ray Diffraction* (XRD), dan *Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-ray* (SEM-EDX).

4.2.1 Karakterisasi Zeolit Na-P

4.2.1.1 Karakterisasi Menggunakan XRD

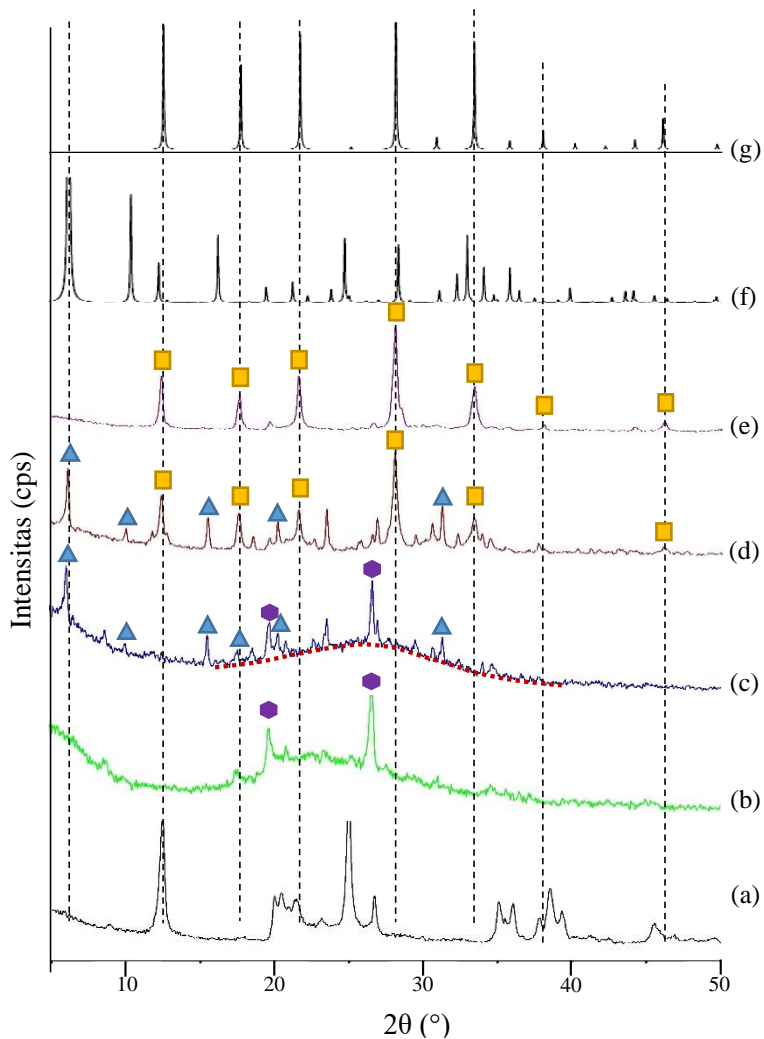
Karakterisasi XRD dilakukan untuk mengetahui fase yang terdapat di dalam padatan hasil sintesis. Analisa dengan XRD ini diamati pada sudut 2θ sebesar $5-50^\circ$.

Dari hasil karakterisasi menggunakan XRD terlihat bahwa dalam padatan hasil sintesis terdapat beberapa fase, yaitu fase zeolit Na-P (GIS), zeolit X (FAU), kaolinit, dan kuarsa seperti pada Gambar 4.3. Fase kuarsa dengan tanda  , fase zeolit Na-P dengan tanda  , dan fase zeolit X disimbolkan dengan tanda  .

Menurut Treacy dkk. (2001), puncak zeolit X akan muncul pada 2θ sekitar $6,12$; $10,00$; $11,73$; $15,43$; $20,07^\circ$ dengan puncak utama pada $2\theta = 6,12^\circ$ dan puncak zeolit Na-P akan muncul pada 2θ sekitar $12,46$; $17,66$; $21,67$; $28,10$; $33,38$; $46,08^\circ$ dengan puncak utama pada $2\theta = 28,10^\circ$.

Berdasarkan difraktogram hasil analisa dengan XRD pada Gambar 4.3 dapat dilihat bahwa pada waktu hidrotermal 24 jam didominasi puncak zeolit X sebagai fase metastabil yang muncul pada $2\theta = 6,20$; $10,12$; $15,58$; $17,52$; $20,89$; dan $31,30^\circ$. Namun, pada kondisi ini juga terdapat fase lain, yaitu kuarsa pada $2\theta = 19,76$ dan $26,63^\circ$. Pola difraktogram pada waktu hidrotermal 24 jam belum menunjukkan puncak khas dari zeolit Na-P.

Hasil analisa sampel dengan waktu hidrotermal 48 jam, didapatkan hasil lebih kristal daripada sampel waktu hidrotermal 24 jam yang memiliki bentuk amorf. Puncak-puncak yang muncul menandakan bahwa hasil sintesis dengan waktu hidrotermal 48 jam mulai menghasilkan zeolit Na-P pada $2\theta = 12,46$; $17,69$; $21,63$; $28,10$; $33,93$; dan $37,69^\circ$ dengan puncak tertinggi (puncak utama) $2\theta = 28,10^\circ$. Akan tetapi pada sampel ini masih terdapat fase zeolit X pada $2\theta = 6,1$; $10,08$; $11,82$; $15,57$; dan $31,22^\circ$.



Gambar 4.3 Difraktogram XRD Sampel a) Kaolin b) Metakaolin
c) 24 jam d) 48 jam e) 72 jam f) Standar X g) Standar Na-P

Hasil analisa XRD pada sampel waktu hidrotermal 72 jam menunjukkan intensitas puncak khas zeolit Na-P pada $2\theta = 12,49; 17,71; 21,62; 28,10; 33,46; 34,62$ dan $46,17^\circ$ dengan puncak utamanya pada $2\theta = 28,10^\circ$. Hasil ini sesuai dengan penelitian Hilderbando dkk. (2014), dimana puncak khas zeolit Na-P teridentifikasi pada $2\theta = \sim 12,36; 17,33; 21,71; 28,03; 34,98; 46,65^\circ$. Fase zeolit X tidak terlihat pada difraktogram sampel waktu hidrotermal 72 jam. Kristal terbentuk semakin sempurna saat waktu hidrotermal 72 jam. Oleh karena itu dapat dilihat bahwa pembentukan optimal zeolit Na-P terjadi pada waktu hidrotermal 72 jam. Secara keseluruhan, pola difraktogram hasil sintesis menunjukkan intensitas puncak khas zeolit Na-P yang semakin meningkat seiring bertambahnya waktu hidrotermal.

Tabel 4.1 menunjukkan puncak sudut 2θ hasil sintesis dengan waktu hidrotermal 24, 48, dan 72 jam.

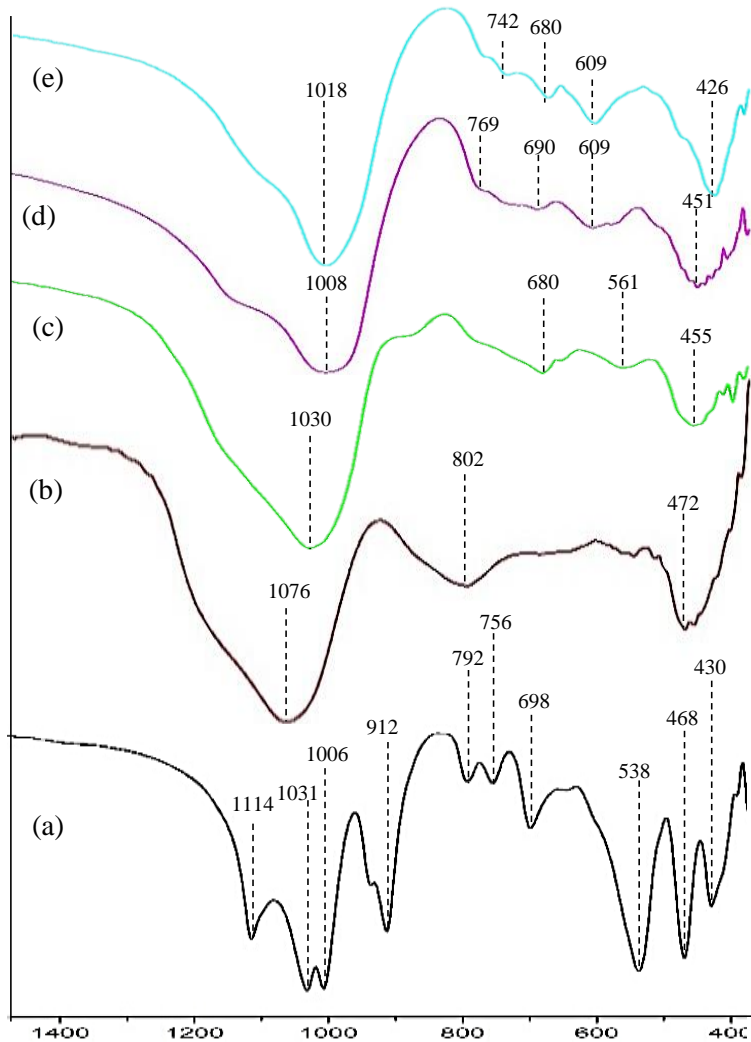
Tabel 4.1 Puncak Dengan Sudut 2θ Hasil Sintesis Variasi Waktu Hidrotermal 24, 48 dan 72 jam

Sampel	2θ ($^\circ$)		
	Zeolit Na-P	Zeolit X	Kuarsa
24 jam	-	6,20; 10,12; 15,58; 17,52; 20,89; 31,30	19,76; 26,63
48 jam	12,46; 17,69; 21,63; 28,10; 33,93; 37,69	6,1; 10,08; 11,82; 15,57; 31,22	-
72 jam	12,49; 17,71; 21,62; 28,10; 33,46; 34,62; 46,17	-	-

4.2.1.2 Karakterisasi Menggunakan FTIR

Karakterisasi hasil sintesis dengan spektra FTIR menggunakan instrumen spektroskopi inframerah Shimadzu *Instrument Spectrum One* 8400S yang dilakukan untuk mengidentifikasi struktur dan gugus fungsi yang terkandung dalam sampel hasil sintesis. Spektra diukur pada bilangan gelombang 1400-400 cm^{-1} . Spektra FTIR dari sampel hasil sintesis dengan variasi waktu hidrotermal 24, 48, dan 72 jam ditunjukkan oleh Gambar 4.4. Spektra sampel kaolin teridentifikasi puncak karakteristik kaolinit pada bilangan gelombang 1006, 1031, dan 1114 cm^{-1} terdapat serapan vibrasi ulur asimetris TO_4 ($\text{T} = \text{Si}$ atau Al) (Rios dkk., 2009). Pada spektra metakaolin menunjukkan perubahan spektra apabila dibandingkan dengan kaolin. Hal ini disebabkan karena adanya proses kalsinasi pada kaolin. Puncak yang teridentifikasi pada sampel metakaolin muncul pada daerah serapan bilangan gelombang 1076, 802, dan 472 cm^{-1} . Menurut Rasouli (2015) serapan pada daerah bilangan gelombang 1088 cm^{-1} mengindikasikan adanya vibrasi gugus simetris Si-O-T ($\text{T}=\text{Al}$ atau Si), sedangkan pada daerah bilangan gelombang 802 cm^{-1} menunjukkan vibrasi Si-O-T dan pada serapan daerah bilangan gelombang 472 cm^{-1} terdapat vibrasi ikatan Si-O .

Spektra inframerah sampel hasil sintesis pada Gambar 4.4 terdapat puncak spesifik zeolit Na-P pada serapan daerah bilangan gelombang sekitar 430-470 cm^{-1} yang menunjukkan vibrasi tekuk gugus T-O (Bohra dkk., 2014), serapan daerah bilangan gelombang 605-744 cm^{-1} menunjukkan vibrasi internal simetris tetrahedral TO_4 , dan serapan daerah bilangan gelombang 1001-1006 cm^{-1} menunjukkan vibrasi ulur asimetris tetrahedral TO_4 (Liu dkk., 2003). Hal ini sesuai dengan Tabel 4.2 yang menunjukkan pita serapan FTIR hasil sintesis.



Gambar 4.4 Spektra Inframerah Sampel a) Kaolin b) Metakaolin c) 24 jam d) 48 jam e) 72 jam

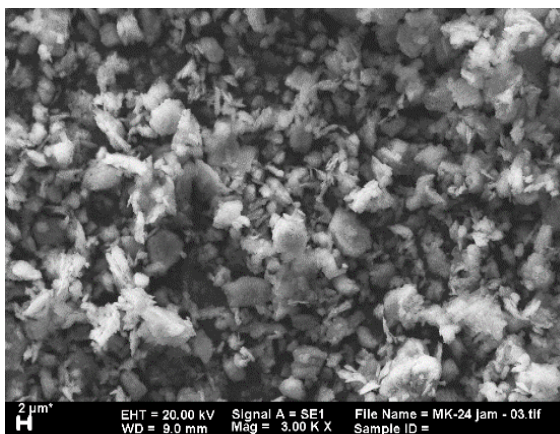
Sampel waktu hidrotermal 24 dan 48 terdapat pita serapan di sekitar bilangan gelombang 451-455 cm^{-1} sebagai vibrasi internal tetrahedral TO_4 dan pita serapan di sekitar bilangan gelombang 1008-1082 cm^{-1} yang menunjukkan vibrasi asimetris T-O-T. Kedua sampel memiliki pita serapan mirip dengan pita serapan zeolit X. Hal ini mengindikasikan bahwa fase zeolit Na-P belum terbentuk secara sempurna. Sedangkan spektra sampel hasil sintesis dengan waktu hidrotermal 72 jam memiliki pita serapan pada bilangan gelombang 426 cm^{-1} yang menunjukkan adanya vibrasi vibrasi tekuk gugus T-O dan pita serapan 742 cm^{-1} sebagai vibrasi simetris O-T-O serta terdapat pita serapan pada bilangan gelombang 1018 cm^{-1} sebagai vibrasi ulur asimetris tetrahedral TO_4 . Spektra sampel waktu hidrotermal 72 jam ini memiliki pita serapan yang mirip dengan zeolit Na-P sehingga dapat dikatakan bahwa fase zeolit Na-P terbentuk pada kondisi ini. Hal ini sesuai dengan hasil analisa XRD.

Tabel 4.2 Pita Serapan Spektra FTIR Referensi Zeolit Na-P dibandingkan Sampel Hasil Sintesis

Jenis Vibrasi	Bilangan Gelombang (cm^{-1})				
	24 jam	48 jam	72 jam	Referensi Zeolit X	Referensi Zeolit Na-P
Vibrasi tekuk TO_4 (T = Si, Al)	455	451	426	440-540	430-470
Vibrasi simetris O-T-O	680	690	742	668-748	605-744
Vibrasi Asimetris T-O-T	1030	1008	1018	971-1082	1001-1006

4.2.1.3 Karakterisasi Menggunakan SEM-EDX

Morfologi dan ukuran kristal hasil sintesis dapat diketahui menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM), dan *Electron Dispersive X-ray* (EDX) untuk mengetahui unsur-unsur yang terdapat dalam sampel hasil sintesis. Hasil analisa SEM sampel waktu hidrotermal 24 jam ditunjukkan pada Gambar 4.5. Dapat dilihat bahwa sampel hasil sintesis waktu hidrotermal 24 jam memiliki bentuk amorf. Hal ini dikarenakan pada sampel masih terdapat adanya beberapa kandungan seperti metakaolin dan kuarsa.



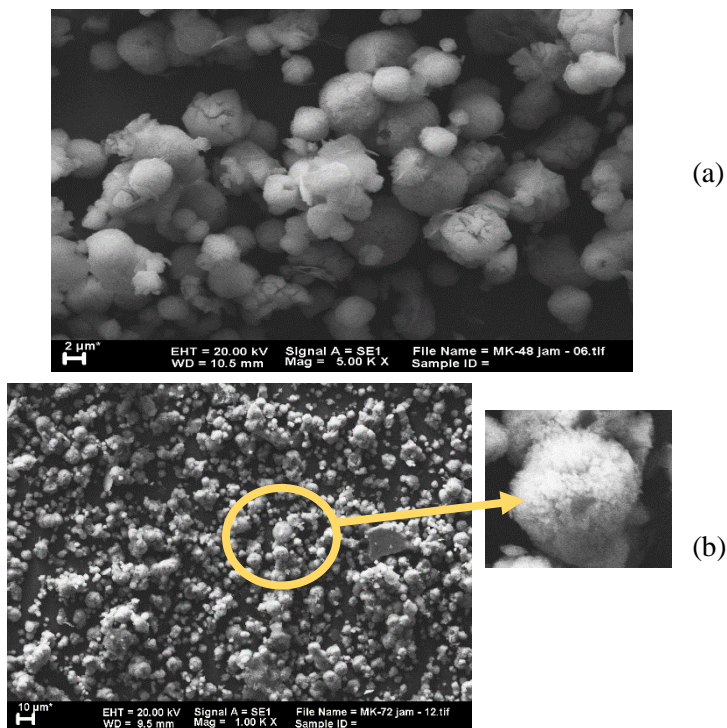
Gambar 4.5 Mikrograf SEM Sampel 24 Jam

Berdasarkan hasil karakterisasi menggunakan XRD sampel hasil sintesis waktu hidrotermal 48 jam terdapat dua fase, yakni fase metastabil zeolit X dan fase zeolit Na-P. Pada mikrograf sampel waktu hidrotermal 48 jam bentuk morfologi kedua fase yang berbeda tidak terlihat dengan jelas, hanya didominasi morfologi dari zeolit Na-P.

Sampel hasil sintesis waktu hidrotermal 72 jam menunjukkan adanya kristal yang berbentuk seperti bola palsu seperti yang

terlihat pada Gambar 4.6. Menurut hasil penelitian yang dilakukan Bessa (2017), kristal yang terbentuk seperti bola palsu tersebut merupakan kristal zeolit Na-P.

Hal tersebut memperkuat informasi yang ditunjukkan oleh data XRD dimana terdapat puncak khas zeolit Na-P pada $2\theta = 12,6; 17,8; 21,7; 28,2; 33,4; 33,5; 38,1; 46,1^\circ$. Sampel hasil sintesis variasi waktu hidrotermal 72 jam menunjukkan bentuk kristal bola palsu zeolit Na-P lebih sempurna. Hal ini menunjukkan bahwa waktu hidrotermal berpengaruh terhadap kristalinitas hasil sintesis.



Gambar 4.6 Mikrograf SEM Sampel a) 48 Jam b) 72 Jam

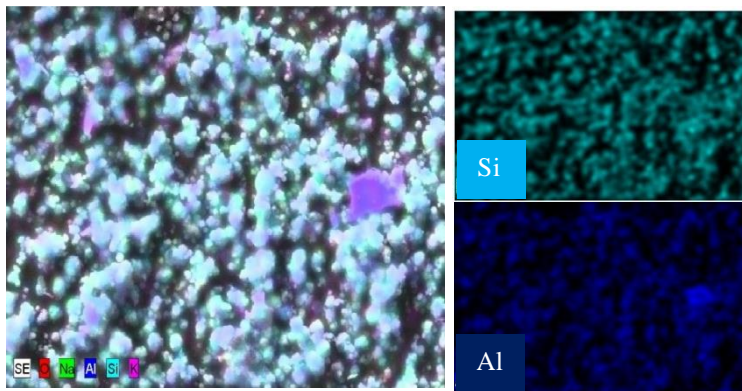
Komposisi unsur yang terdapat pada sampel hasil sintesis variasi waktu hidrotermal 24, 48 dan 72 jam dianalisis dengan

EDX. Hasil karakterisasi EDX dapat dilihat pada Tabel 4.3. Berdasarkan hasil EDX diketahui bahwa ketiga sampel hasil sintesis yang dianalisis mengandung unsur-unsur yang digunakan sebagai prekursor yaitu Si, Al, Na dan O. Dari hasil perhitungan menggunakan data % diperoleh rasio mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ pada sampel hasil sintesis variasi waktu hidrotermal 24,48 dan 72 jam masing-masing sebesar 1,12; 1,69 dan 1,56.

Tabel 4.3 Hasil Analisis EDX Sampel Zeolit Na-P Variasi Waktu 48 dan 72 jam

Sampel	% Atom				Rasio mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$
	Si	Al	Na	O	
24 Jam	16,55	14,67	5,49	62,81	1,12
48 Jam	15,65	9,26	8,31	66,34	1,69
72 Jam	14,92	9,51	8,36	66,63	1,56

Distribusi komposisi unsur hasil sintesis dapat diketahui dari hasil pemetaan (*mapping*) pada SEM-EDX. Gambar 4.7 menunjukkan distribusi sampel hasil sintesis variasi waktu hidrotermal 72 jam. Unsur Si dan Al terdistribusi pada sampel hasil sintesis.



Gambar 4. 7 Pemetaan Unsur Sampel 72 Jam

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan didapatkan kesimpulan bahwa zeolit Na-P dapat disintesis dari kaolin Bangka Belitung yang diubah menjadi metakaolin menggunakan metode hidrotermal. Waktu hidrotermal mempengaruhi hasil sintesis. Berdasarkan hasil karakterisasi menggunakan *X-ray Diffraction* (XRD) dan *Fourier Transform Infrared* (FTIR), intensitas kristal zeolit Na-P bertambah seiring dengan waktu hidrotermal. Pada variasi waktu hidrotermal 24 jam menghasilkan fase metastabil zeolit X, sedangkan pada waktu hidrotermal 48 jam menghasilkan zeolit X dan Na-P, dan intensitas kristal zeolit Na-P tertinggi terdapat pada waktu hidrotermal 72 jam. Berdasarkan hasil *Scanning Electron Microscopy* (SEM) kristal zeolit Na-P pada sampel waktu hidrotermal 24 berbentuk amorf sedangkan sampel waktu hidrotermal 72 jam memiliki morfologi seperti bola pecah yang diidentifikasi sebagai bentuk morfologi dari zeolit Na-P. Hasil perhitungan komposisi rasio Si/Al dari *Energy Dispersive X-ray* (EDX) menunjukkan bahwa komposisi rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ dalam sampel variasi waktu hidrotermal 24, 48 dan 72 jam berturut-turut adalah sebesar 1,12; 1,69 dan 1,56.

5.2 Saran

Pada penelitian selanjutnya yang berkaitan tentang sintesis zeolit Na-P disarankan untuk dilakukan studi lebih lanjut mengenai faktor lain yang dapat meningkatkan intensitas fase zeolit Na-P. Adapun faktor-faktor tersebut antara lain adalah bahan dasar, waktu pemeraman, serta suhu hidrotermal untuk mengetahui kondisi optimal agar diperoleh zeolit Na-P yang murni.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

DAFTAR PUSTAKA

- Albert, B. R., Cheetham, A.K., Stuart, J.A., Adams, C.J. (1998). "Investigations of P zeolites: synthesis, characterisation, and structure of highly crystalline low-silica NaP". *Microporous Mesoporous Materials*, 21, 133–142.
- Ackley., Mark W., Salil, U.R., Himanshu, S. (2002). Application of Natural Zeolites in the Purification and Separation of Gases. *Microporous and Mesoporous Materials*. 61, 25-42.
- Adamis, Z. (2005). *Bentonite, Kaolin, and Selected Clay Minerals*, Vol. 231, Geneva: World Health Organization.
- Aldahri, T., Behin, J., Kazemian, H., Rohani, S. (2016). Synthesis of zeolite Na-P from coal fly ash by thermo-sonochemical treatment. *Fuel*. 182, 494-501.
- Alkan, M., Hopa., C., Yilmaz., Z., Guler, H. (2005). The effect of alkali concentration and solid/liquid ratio on the hydrothermal synthesis of zeolite NaA from natural kaolinite, *Microporous and Mesoporous Materials*, 86, 176-184.
- Auer, H., Hofmann, H. (1993). Pillared Clays: Characterization Of Acidity And Catalytic Properties And Comparison With Some Zeolites, *Application of Catalyst A Gen.* 97, 23–38.
- Bauer, A., Berger, G. (1998). Kaolin and smectite dissolution rate in high molar KOH solutions at 35 and 80 C, *Application of Geochem.*, page 905–916.
- Behin, J., Kazemian, H., Rohani, S. (2016). "Sonochemical synthesis of zeolite NaP from clinoptilolite". *Ultrasonics Sonochemistry*, 28, 400–408.
- Bohra, S., Kundu, D., Naskarn, M.K. (2013). "One-pot synthesis of NaA and NaP zeolite powders using agro-waste material

- and other low cost organic-free precursors". *Ceramics International*, 40, 1229–1234.
- Bosch., Pedro., Lourdes, O., Isaac, S. (1983). Synthesis of Faujasite Type Zeolites from Calcined Kaolins. *Ind. Eng. Chem. Prod. Res. Dev.*, 22, 401-408.
- Breck, D. (1974). *Zeolite Molecular Sieves: Structure, Chemistry and Uses*, New York: John Wiley.
- Breck, D.W. (1987). "Handbook of Hydrothermal Technology a Technology for Crystal Growth and Materials Processing". New Jersey: Noyes Publications.
- Byrappa, K., Yoshimura, M. (2013). *Handbook of Hydrothermal Technology 2nd Edition*. USA: William Andrew.
- Callister, W.D. (2009). *Materials Science and Engineering An Introduction 8th*. John Wiley & Sons Inc.
- Chandrasekhar, S., & Pramada, P.N. (1999). "Investigation on Synthesis of Zeolite NaX from Kerala Kaolin". *Journal of Porous Materials*, 6, 283–297.
- Chandrasekhar, S., & Pramada, P. N. (2008). Microwave assisted synthesis of zeolite A from metakaolin, *Microporous Mesoporous Mater.*, page 152-161.
- Cristobal., San, A.G., Castello, R., Luengo, M.A.M., Vizcayno, C. (2010). Zeolites Prepared From Calcined And Mechanically Modified Kaolins A Comparative Study. *Applied Clay Science*, 49, 239-246.
- Du, Y., Shi, S., Dai, H. (2010). Water-bathing synthesis of high-surface-area zeolite P from diatomite. *Particuology*. 9, 174-178.
- Faghihian, H., & Kamali, M. (2003). "Synthesis of Na-P zeolite from perlite and study of its ability to remove cyanide from liquid wastes". *International Journal of Environment and Pollution*, 19, 557-566.

- Hui, F., Li, C., Shan, H. (2009). In-situ Synthesis and Catalytic of ZSM-5 zeolite. *Applied Clay Science*, 42, 439-445.
- Georgieva., Dimitar., Bogdan B.K., Angelova. (2009). Synthetic Zeolites - Structure, Classification, Current Trends In Zeolite Synthesis Review. *International Science Conference*, 7, 1-5.
- Ginter, D.M., Bell, A.T., Radke, C.J. (1992). The effect of gel aging on the synthesis of NaY zeolite from colloidal silica. Center for Advanced Materials, Lawrence Berkeley Laboratory, and Department of Chemical Engineering, University of California, Berkeley.
- Gougazeh, Mousa., Buhl, J.Ch. (2013). Synthesis and Characterization of Zeolite A by Hydrothermal Transformation of Natural Jordanian Kaolin. *Journal of the Association of Arab Universities for Basic and Applied Sciences*, 15, 35-42.
- Hansen, S., Angel, R., Canovas, R., Filth, L. (1993). "On the crystal chemistry of NaP zeolites". *Zeolites*, 13, 276-280.
- Hernandez, R.S., Delgado, A.L., Padilla, I., Galindo, R., Andres, S.L. (2016). "One-step synthesis of NaP1, SOD and ANA from a hazardous aluminum solid waste". *Microporous and Mesoporous Materials*, 226, 267-277.
- Hildebrando, E. A., Gianesi, C., Augusto, C., Simões, R., Rolando, F., Roberto. (2014). "Synthesis and Characterization of Zeolite NaP Using Kaolin Waste as a Source of Silicon and Aluminum". *Materials Research*, Brazil.
- Huo, Z., Xu, X., Lu, Z., Song, J., He, M., Li, Z., Wang, Q., Yan, L. (2012). Synthesis of zeolite NaP with controllable morphologies. *Microporous and Mesoporous Materials*. 158, 137-140.

- Ilic, B., Mitrovic, A., & Milicic, L. (2010). *Thermal Treatment of Kaolin Clay to Obtain Metakaolin*. Institute for Testing of Materials, Belgrade, Serbia.
- Jumaeri., Sutarno, E.S., Kunarti, S.J., Santosa. (2009). Pengaruh Konsentrasi Naoh Dan Temperatur Pada Sintesis Zeolit Dari Abu Layang Secara Alkali Hidrotermal. *Jurnal Zeolit Indonesia*, 8, 22-32.
- Kahraman., Sibel., Önal, M., Sarıkaya, Y., Bozdoğan, I. (2005). Characterization of Silica Polymorphs in Kaolins by X-ray Diffraction Before and After Phosphoric Acid Digestion and Thermal Treatment. *Analytica Chimica Acta*, 552, 201–206.
- Kakansson, L., Falth, S., Hansen. (1990). “Structure of a high silica variety of zeolite Na-P”. *Acta Cryst*, C46, 1363.
- Kartimi, R., Bayati, B., Aghdam, N.C., Ejtemaee, M., Babaluo, A.A. (2012). “Studies of the Effect of Synthesis Parameters on ZSM-5 Nanocrystalline Material During Template-hydrothermal Synthesis in the Presence of Chelating Agent”. *Powder Technology*, 229, 229-236.
- Lobachev, A.N. (1973). “Crystallization Processes Under Hydrothermal Conditions”. New York: Consultants Bureau.
- Manadee., Supamathanon N., Prayoonpokarach S., Wittayakan. (2012). Catalyst preparation by addition of K and Na on zeolite NaX for transesterification of jatropha seed oil. *Asian Conference on Sustainability Energy, and the Environment*, 400–412.
- Moore, E., and Smart, L. (1993). *Solid State Chemistry: An Introduction 1st edition*, London : Chapman & Hall University and Professional Division.
- Moreno., Natalia X., Querol, C., Ayora., dkk. (2001). Potential Environmental Application Of Pure Zeolitic Material

- Synthesized From Fly Ash. *Journal Of Environmental Engineering*, 127, 994-1002.
- Muttaqin, Afdhal., Riri, M., Syukri, D. (2011). Pengaruh Fisisorpsi Zeolit Alam Teraktivasi pada Pembuatan Biodiesel dari Minyak Jelantah. *Jurnal Ilmu Fisika*, Vol 3, 32- 37.
- Murray, H.H. (2007). “Applied Clay Mineralogy Occurrences, Processing and Application of Kaolins, Bentonites, Palygorskite-Sepiolite, and Common Clays”. Elsevier’s Science & Technology Right Department in Oxford, UK.
- Ouki, S.K., Cheeseman, C.R., Perry, R. (1993). Natural Zeolite Utilisation in Pollution Control: A Review of Application to Metals Effluents. *Journal of Chemical Technology and Biotechnol*, 59, 121-126.
- Ozdemir, Ozgul, D., Sabriye, P. (2013). Zeolite X Synthesis with Different Sources. *Internetalional Journal of Chemical, Enviromental, and Biological Sciences* , vol 1, 2320- 2324.
- Pal, P., Das, J.K., Das, N., Bandyopadhyay, S. (2012). Synthesis of NaP zeolite at room temperature and short crystallization time by sonochemical method. *Ultrasonics Sonochemistry*. 20, 314-321.
- Payra, P., dan Dutta, P.K. (2003). *Zeolites : A Primer, Handbook of Zeolite Science and Technology*, Marcel Dekker: New York
- Prasad, M.S., Reid, K.J., Murray, H.H. (1991). “Kaolin: processing, properties and applications”. *Applied Clay Science*, 6, 87- 119.
- Pramusanto., Indarto, S., Gani., Ulum, M., Sudaryanto., dan Widodo. (2000). “Karakterisasi kaolin Daersah Dawung, Desa Tugurejo, Kecamatan Slahung, Kabupaten jawa Timur”. LIPI.

- Prasetyoko, D., Fanzuri, H., Ni'mah, Y.L., & Fadlan, A. (2016). *"Karakterisasi Padatan Difraksi Sinar X, Spektroskopi SEM, Analisis Termal, Struktur Pori Edisi 1"*. Yogyakarta .
- Qiang, Li., Ying, Zhang., Zhijun, Cao., Wei, Gao. (2010). Influence of synthesis parameters on the crystallinity and Si/Al ratio of NaY zeolite synthesized from kaolin. *Microstructure*, 4, 403-409.
- Rahayu, E.S., Subagjo., Walmiki, T. (2014). Sintesis Zeolit Y dari Kaolin Terbenefisiasi. Politeknik Negeri Bandung, Bandung.
- Rayalu, S.U., Meshram, M.Z., Hasan. (2000). Highly crystalline faujasitic zeolites from fly ash. *Journal of Hazard. Material*, 77, 123–131.
- Reyes, C.A.R., Williams, O., Alarcón, O.M.C. (2013). "Nucleation and growth process of sodalite and cancrinite from kaolinite-rich clay under low-temperature hydrothermal conditions". *Materials Research*, 16, ISSN 1516-1439.
- Rios, C.A., Williams., C.D., Roberts., C.L. (2009). A Comparative Study Of Two Method For The Synthesis Of Fly Ash-Based Sodium And Potassium Type Zeolites. *Fuel* 88: 1403–1416.
- Rustam., Ediati, R., Septiyana, B., Zein, Y.M., Bahruji, A., Qoniah, I., dkk. (2013). "Direct Synthesis of ZSM-5 from kaolin the presence of TPABr and TPAOH as Organic Templates". Thesis Kimia ITS, Surabaya
- Salim, M.M., and Malek, N.A.N.N. (2016). Characterization and Antibacterial Activity of Silver Exchanged Regenerated NaY Zeolite from Surfactant-Modified NaY Zeolite, *Materials Science and Engineering C*, 59, 70–77.
- Sibilia, P. (1996). *"Guide To Material Characterization and Chemical Analysis 2nd edition"* . New York: John wiley-VCH.

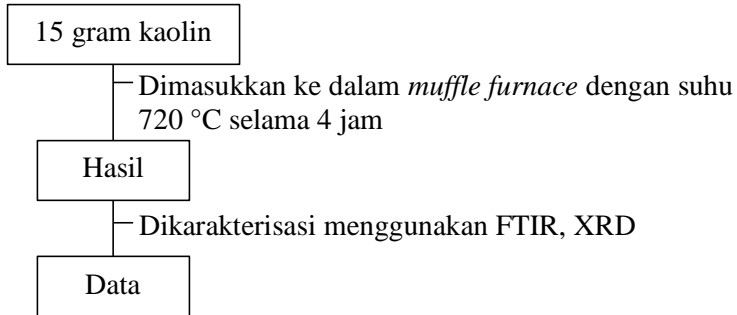
- Skoog, Douglas, West. (2014). *Fundamental of Analytical Chemistry 9th Edition*. USA :Brooks/Cole – Thomson Learning
- Subagjo. (1993). *Zeolit: Struktur dan Sifat-sifat*. Warta Insinyur Kimia. Vol: 7 No. 3
- Susetyaningsih, R., Kismolo, E., dan Basuki, K.T. (2008). Pengaruh Penambahan MgO pada Peningkatan Kualitas Lempung Kasongan untuk Imobilisasi Lumpur Limbah Pb Menggunakan Teknologi Keramik, Seminar Nasional IV, SDM Teknologi Nuklir, Yogyakarta, Hal. 331-338.
- Treacy, M.M.J., dan Higgins, J.B. (2001). *Collection of Simulated XRD Powder Patterns for Zeolites*. New York : Elsevier
- Walujodjati, A. (2008). Sintesis Hidrotermal dari Serbuk Oksida Keramik. *Momentum*, Vol 4 No. 2, 33-37.
- Wang, P., Shen, B., Shen, D., Gao, J. (2007). “Synthesis of ZSM-5 Zeolit from Expanded Perlite and its Catalytic Performance in FCC Gasoline Aromatization”. *Catalysis Today*, 125, 155-162.
- West, A.R. (1984). “*Solid State Chemistry and Its Applications*”. New York: John Wiley & Sons.
- West, A.R. (2014). *Fundamental of Analytical Chemistry 9th Edition*. USA :Brooks/Cole – Thomson Learning
- Wittayakun., Jatuporn, P., Khemthong., Sanchai, P. (2007). Synthesis and Characterization of Zeolite NaY from Rice Husk Silica. *Korean Journal of Chemical Engineering.*, 25, 861-864.
- Zubowa, H.L., Kosslick, H., Muller, D., Richter, M., Wilde, L., Fricke, R. (2008). “Crystallization of phase-pure zeolite NaP from MCM-22-type gel compositions under microwave radiation”. *Microporous and Mesoporous Materials*, 109, 542-548.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

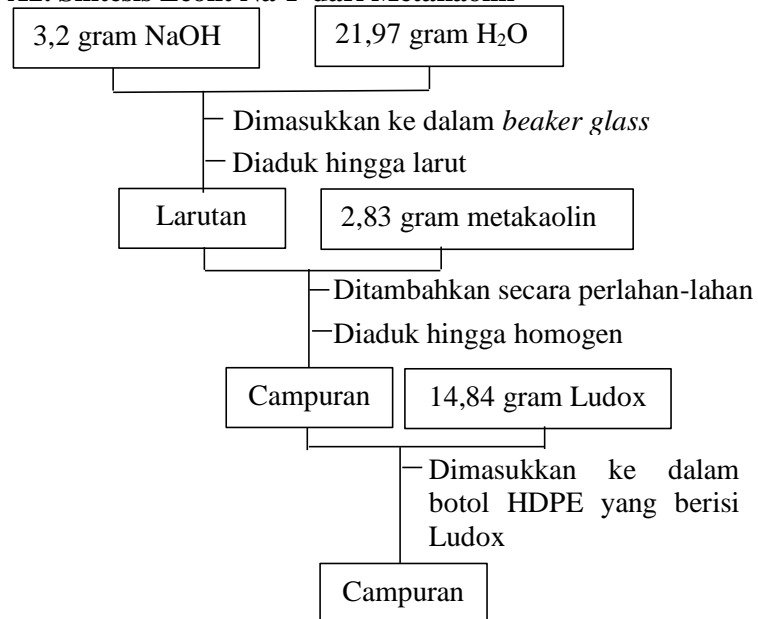
DAFTAR LAMPIRAN

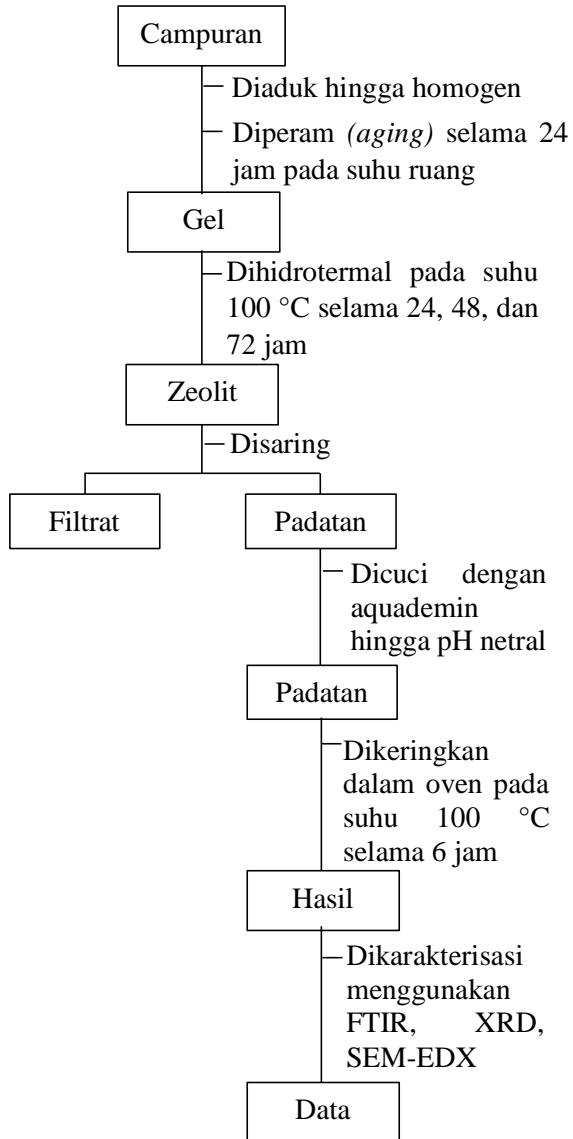
A. Prosedur Sintesis Zeolit

A1. Preparasi Metakaolin



A2. Sintesis Zeolit Na-P dari Metakaolin





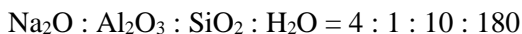
B. Perhitungan Sintesis Zeolit Na-P

B1. Persentase Komposisi Bahan

- a) Kaolin
 - $\text{Al}_2\text{O}_3 = 36 \%$ ($M_r = 101,96 \text{ g/mol}$)
 - $\text{SiO}_2 = 54,90 \%$ ($M_r = 60,09 \text{ g/mol}$)
- b) Aqua DM ($M_r = 18 \text{ g/mol}$)
- c) NaOH *pellet* = 99 % ($M_r = 40 \text{ g/mol}$)
- d) Ludox
 - $\text{SiO}_2 = 30 \%$ ($M_r = 60,09 \text{ g/mol}$)
 - $\text{H}_2\text{O} = 70 \%$ ($M_r = 18 \text{ g/mol}$)

B2. Sintesis Zeolit Na-P

Komposisi molar bahan untuk pembuatan sintesis zeolit Na-P



- a) 1 mol Al_2O_3

Massa Al_2O_3 yang dibutuhkan

$$\begin{aligned}\text{Gram} &= n \times M_r \\ &= 1 \text{ mol} \times 101,96 \text{ g/mol} \\ &= 101,96 \text{ g}\end{aligned}$$

Persentase Al_2O_3 dalam kaolin adalah 36%, maka massa kaolin yang harus diambil adalah:

$$\begin{aligned}\text{Massa kaolin} &= \frac{\text{massa } \text{Al}_2\text{O}_3}{36 \%} \\ &= \frac{101,96 \text{ g}}{36 \%} \\ &= 283,222 \text{ gram}\end{aligned}$$

- b) 10 mol SiO_2

Massa SiO_2 yang dibutuhkan

$$\begin{aligned}\text{Gram} &= n \times M_r \\ &= 10 \text{ mol} \times 60,09 \text{ g/mol} \\ &= 600,9 \text{ gram}\end{aligned}$$

Persentase SiO_2 dalam kaolin adalah 54,90 %, maka massa SiO_2 dalam kaolin sebesar

$$\begin{aligned}\text{Massa SiO}_2 \text{ dalam kaolin} &= 54,90\% \times 283,222 \text{ gram} \\ &= 155,48 \text{ gram}\end{aligned}$$

Massa SiO_2 yang diinginkan sebesar 600,9 gram karena ada pengaruh dari kaolin maka,

$$\begin{aligned}&= 600 \text{ gram} - 155,48 \text{ gram} \\ &= 445,41 \text{ gram}\end{aligned}$$

Kandungan SiO_2 dalam ludox sebesar 30%, sehingga massa ludox yang harus diambil:

$$\begin{aligned}&= \frac{445,41 \text{ gram}}{30\%} \\ &= 1484,70 \text{ gram}\end{aligned}$$

c) 4 mol Na_2O

$$\begin{aligned}\text{Penambahan NaOH} &= 2 \times 4 \text{ mol} \\ &= 8 \text{ mol}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Massa NaOH yang harus ditambahkan} &= 8 \text{ mol} \times 40 \text{ g/mol} \\ &= 320 \text{ gram}\end{aligned}$$

d) 180 mol H_2O

Massa H_2O yang diperlukan

$$\begin{aligned}\text{Massa H}_2\text{O} &= n \times \text{Mr} \\ &= 180 \text{ mol} \times 18 \text{ g/mol} \\ &= 3240 \text{ gram}\end{aligned}$$

Dalam ludox terdapat 70% H_2O , maka:

$$\begin{aligned}&= 70\% \times 1484,70 \text{ gram} \\ &= 1039,3 \text{ gram H}_2\text{O}\end{aligned}$$

Sedangkan dalam NaOH terdapat 1% H_2O maka:

$$\begin{aligned}&= 1\% \times 320 \text{ gram} \\ &= 3,2 \text{ gram H}_2\text{O}\end{aligned}$$

Total H₂O dalam ludox dan NaOH sebesar 1039,3 gram + 3,2 gram = 1042,5 gram

Sehingga H₂O yang perlu ditambahkan sebesar 3240 gram – 1042,5 gram = 2197,5 gram

Semua massa bahan dibagi dengan 100, sehingga massa bahan untuk pembuatan sintesis Na-P adalah :

Kaolin = 283,222 gram : 100 = 2,83222 gram

Ludox = 1484,70 gram : 100 = 14,8470 gram

H₂O = 2197,5 gram : 100 = 21,975 gram

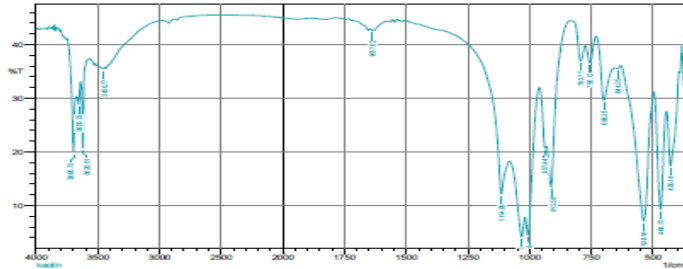
NaOH = 320 gram : 100 = 3,2 gram +

Massa total teoritis = 42,85422 gram

C. Data Karakterisasi

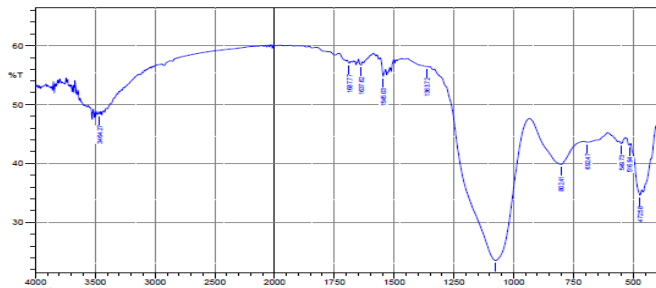
C1. Data FTIR

C1.1 Kaolin Bangka Belitung



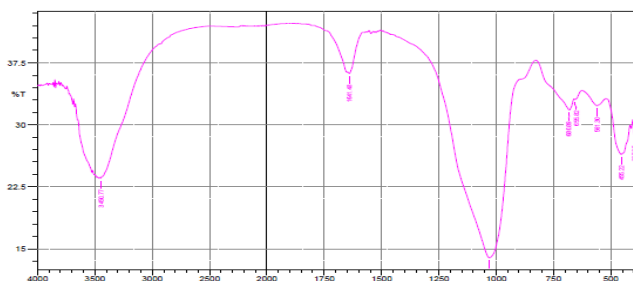
	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	430.14	17.401	12.458	445.57	395.42	31.751	6.379
2	468.72	9.29	19.778	495.72	447.5	35.989	10.179
3	538.16	7.121	25.553	630.74	497.65	91.848	28.652
4	644.25	35.517	0.298	653.89	630.74	10.355	0.044
5	698.25	29.631	9.27	729.12	659.68	32.359	3.452
6	726.12	36.649	3.916	775.41	731.05	18.243	0.907
7	792.77	36.954	4.165	837.13	775.41	23.892	0.679
8	912.36	13.456	12.481	931.65	839.06	48.996	4.48
9	937.44	20.639	2.617	960.58	931.65	17.223	0.282
10	1006.88	4.485	8.341	1018.45	962.51	47.744	5.189
11	1031.95	4.126	5.697	1080.17	1020.38	60.78	5.913
12	1114.89	12.154	8.357	1455.3	1082.1	171.068	4.08
13	1637.52	42.543	0.169	1647.26	1631.83	5.697	0.016
14	3450.77	35.484	0.15	3456.55	3441.12	6.929	0.015
15	3620.51	20.69	13.81	3639.8	3583.86	27.925	2.562
16	3655.23	28.543	2.916	3670.66	3641.73	14.991	0.567
17	3695.73	19.91	13.856	3745.88	3672.59	37.692	4.499

C1.2 Metakaolin Bangka Belitung



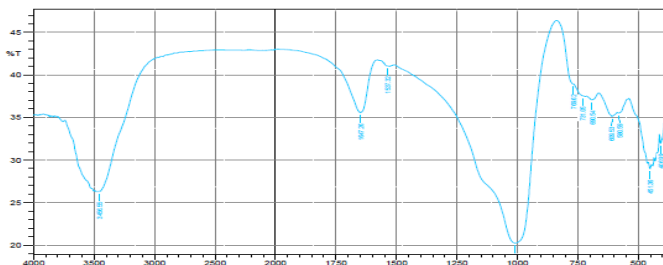
	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	472.58	34.607	2.232	511.15	464.86	19.371	0.581
2	516.94	43.088	0.631	528.51	511.15	6.272	0.059
3	549.73	43.368	0.668	561.3	534.3	9.691	0.083
4	692.47	43.597	0.194	705.97	650.03	20.082	0.055
5	802.41	39.837	5.472	933.58	711.76	82.042	6.441
6	1076.32	23.52	27.065	1330.93	935.51	175.393	61.771
7	1363.72	56.438	0.033	1444.73	1361.79	20.272	0.099
8	1545.03	54.735	2.072	1558.54	1535.39	5.811	0.153
9	1637.62	56.694	0.735	1649.19	1631.83	4.233	0.062
10	1687.77	57.04	0.354	1697.41	1681.98	3.74	0.023
11	3464.27	48.401	0.423	3473.91	3454.62	6.047	0.041

C1.3 Zeolit Na-P Waktu Hidrotermal 24 jam



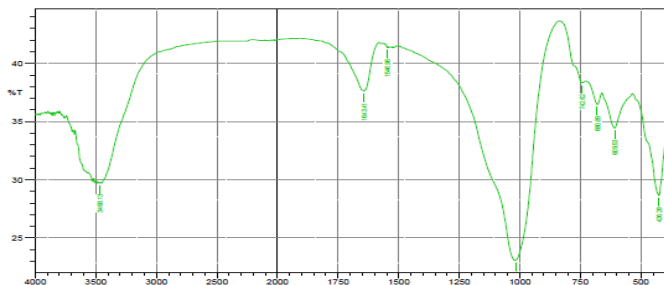
	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	397.35	28.798	2.41	405.06	387.7	9.045	0.28
2	455.22	26.432	4.611	520.8	416.57	55.232	3.873
3	561.3	32.31	1.234	626.89	522.73	50.029	0.784
4	655.82	33.078	0.183	669.68	626.89	15.55	0.039
5	680.89	31.787	1.944	827.49	659.68	78.185	2.496
6	1030.02	13.938	24.875	1458.23	827.49	343.368	87.842
7	1641.48	36.209	0.72	1649.19	1579.75	28.662	0.049
8	3450.77	23.547	0.136	3456.55	3439.19	10.878	0.023

C1.4 Zeolit Na-P Waktu Hidrotermal 48 jam



	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	406.99	31.94	1.941	412.78	383.85	13.746	0.574
2	451.36	28.968	0.572	457.14	445.57	6.185	0.053
3	580.59	35.505	0.275	586.38	540.09	20.403	0.08
4	609.53	35.122	1.146	663.53	586.38	34.075	0.499
5	690.54	37.075	0.61	713.69	663.53	21.444	0.197
6	731.05	37.548	0.072	767.69	729.12	16.16	0.054
7	769.62	38.941	0.202	839.06	767.69	26.273	-0.245
8	1008.8	20.246	24.82	1506.46	839.06	325.826	85.969
9	1537.32	41.053	0.044	1550.82	1535.39	5.951	0.013
10	1647.26	35.556	6.367	1979.03	1585.54	153.467	6.671
11	3456.55	26.303	0.195	3462.34	2989.76	216.237	0.394

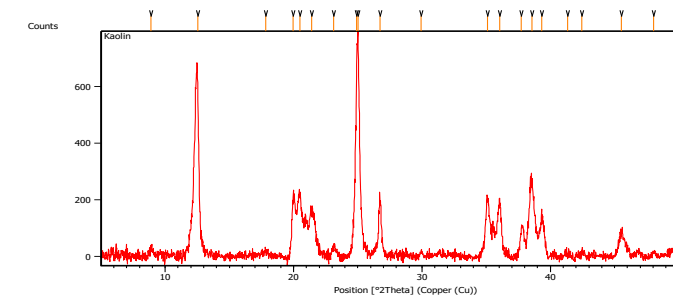
C1.5 Zeolit Na-P Waktu Hidrotermal 72 jam



	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	426.28	28.621	7.668	534.3	387.7	70.43	6.475
2	609.53	34.449	2.984	661.61	536.23	55.504	1.992
3	680.89	36.471	1.279	729.12	661.61	28.776	0.381
4	742.62	38.326	0.828	833.28	729.12	40.768	0.416
5	1018.45	23.075	19.809	1450.52	833.21	284.585	55.017
6	1546.96	41.35	0.123	1556.61	1545.03	4.419	0.005
7	1643.41	37.6	0.452	1649.19	1581.68	27.141	0.051
8	3468.13	29.718	0.032	3473.91	3466.2	4.062	0.002

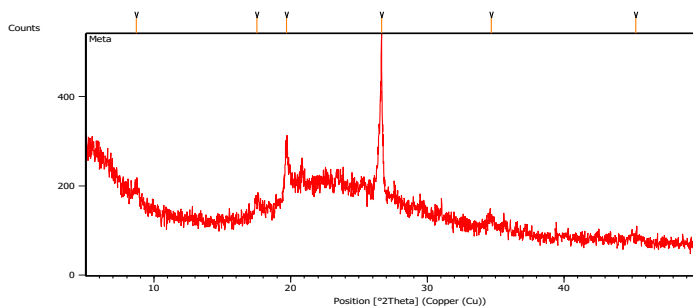
C2. Data XRD

C2.1 Kaolin Bangka Belitung



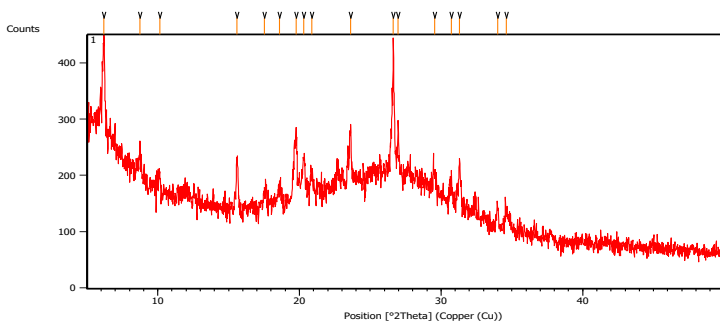
Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
8.8856	22.61	0.2676	9.95217	2.64
12.5326	637.63	0.1338	7.06311	74.48
17.8264	12.93	0.4015	4.97577	1.51
19.9465	224.03	0.1673	4.45145	26.17
20.4870	257.70	0.2342	4.33520	30.10
21.4176	220.63	0.3346	4.14889	25.77
23.1198	102.89	0.2676	3.84714	12.02
24.9225	770.84	0.0816	3.56985	90.04
25.0213	856.12	0.0669	3.55893	100.00
26.7229	226.17	0.2007	3.33604	26.42
29.9356	15.15	0.2342	2.98493	1.77
35.0877	227.61	0.2007	2.55755	26.59
36.0580	220.40	0.3346	2.49093	25.74
37.7248	121.06	0.2342	2.38462	14.14
38.5644	301.75	0.2676	2.33461	35.25
39.3448	174.87	0.1338	2.29008	20.43
41.3368	32.82	0.4015	2.18421	3.83
42.4321	19.02	0.4015	2.13033	2.22
45.5145	100.07	0.3346	1.99297	11.69
48.0595	17.17	0.4015	1.89321	2.01

C2.2 Metakaolin Bangka Belitung



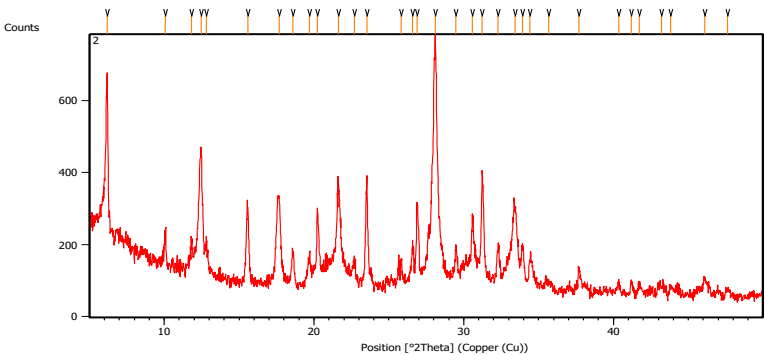
Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
8.6870	27.22	0.4015	10.17932	7.50
17.5198	24.65	0.3346	5.06216	6.79
19.6900	101.66	0.2007	4.50885	28.01
26.6452	362.97	0.0502	3.34560	100.00
34.6882	23.94	0.4015	2.58609	6.60
45.2516	10.17	0.8029	2.00394	2.80

C2.3 Zeolit Na-P Waktu Hidrotermal 24 jam



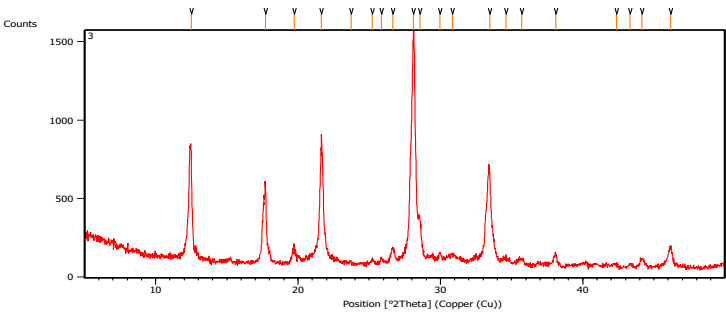
Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
6.2013	286.46	0.0669	14.25274	100.00
8.7467	74.15	0.2007	10.10996	25.88
10.1274	35.61	0.2007	8.73449	12.43
15.5804	90.02	0.1004	5.68763	31.43
17.5275	24.82	0.4015	5.05997	8.66
18.6049	29.37	0.2676	4.76928	10.25
19.7653	109.98	0.2342	4.49183	38.39
20.3226	68.14	0.1004	4.36990	23.79
20.8934	34.03	0.2007	4.25178	11.88
23.6212	104.86	0.1171	3.76660	36.61
26.6312	252.72	0.0502	3.34732	88.22
26.9702	96.08	0.1004	3.30601	33.54
29.5403	42.85	0.2676	3.02397	14.96
30.7441	49.85	0.2007	2.90825	17.40
31.3071	93.48	0.0836	2.85723	32.63
33.9997	37.19	0.1338	2.63686	12.98
34.6201	34.48	0.3346	2.59102	12.04

C2.4 Zeolit Na-P Waktu Hidrotermal 48 jam



Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
6.1845	467.01	0.0836	14.29161	66.99
10.0814	99.72	0.0669	8.77423	14.30
11.8296	79.64	0.1004	7.48125	11.42
12.4672	334.88	0.1506	7.10003	48.03
12.7976	80.97	0.1338	6.91744	11.61
15.5714	202.05	0.1338	5.69091	28.98
17.6945	223.16	0.1004	5.01258	32.01
18.5942	86.94	0.1673	4.77200	12.47
19.6888	80.57	0.1338	4.50912	11.56
20.2294	214.90	0.0836	4.38981	30.83
21.6349	276.32	0.2007	4.10771	39.64
22.7119	70.57	0.1338	3.91529	10.12
23.5372	306.34	0.1171	3.77985	43.94
25.8310	71.34	0.1004	3.44917	10.23
26.5914	112.83	0.1004	3.35224	16.18
26.8696	236.35	0.0836	3.31816	33.90
28.1030	697.16	0.0669	3.17527	100.00
29.4742	106.52	0.1004	3.03060	15.28
30.5863	190.01	0.1004	2.92290	27.25
31.2249	312.25	0.1171	2.86456	44.79
32.2952	121.31	0.1338	2.77203	17.40
33.4272	223.30	0.2342	2.68070	32.03
33.9335	123.01	0.1338	2.64186	17.64
34.4251	82.65	0.1673	2.60524	11.86
35.6836	24.41	0.4015	2.51620	3.50
37.6973	71.04	0.1338	2.38629	10.19
40.3439	29.33	0.2007	2.23565	4.21

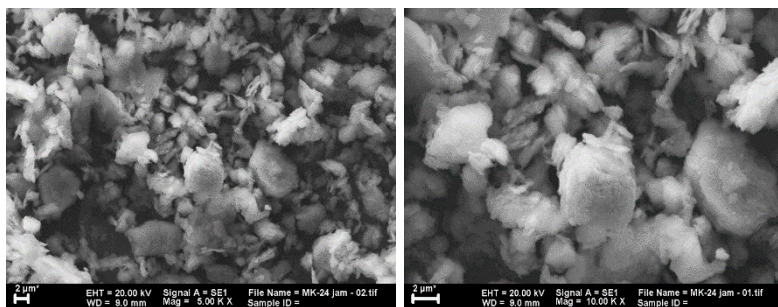
C2.5 Zeolit Na-P Waktu Hidrotermal 72 jam



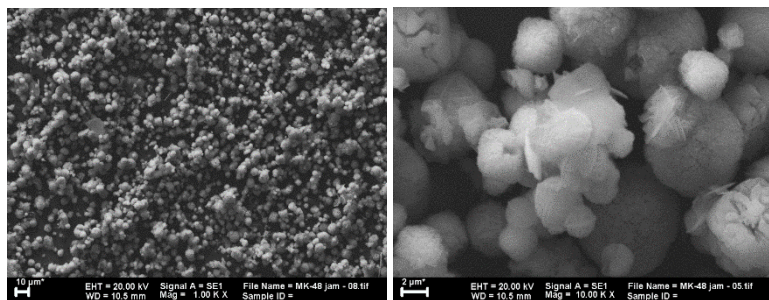
Pos. [$^{\circ}$ Th.]	Height [cts]	FWHM Left [$^{\circ}$ Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
12.4915	676.77	0.1840	7.08625	45.38
17.7108	466.57	0.0836	5.00801	31.29
19.7226	125.10	0.0502	4.50147	8.39
21.6286	717.16	0.1338	4.10889	48.09
23.7193	18.22	0.1004	3.75125	1.22
25.2287	26.15	0.2007	3.53013	1.75
25.8708	34.94	0.2007	3.44395	2.34
26.6671	100.65	0.1338	3.34290	6.75
28.1087	1491.29	0.1171	3.17464	100.00
28.5520	299.04	0.1338	3.12635	20.05
29.9653	74.45	0.1673	2.98204	4.99
30.8434	64.83	0.5353	2.89912	4.35
33.4650	596.06	0.1840	2.67776	39.97
34.6272	40.48	0.2676	2.59050	2.71
35.7201	38.87	0.4015	2.51371	2.61
38.1138	76.32	0.2342	2.36116	5.12
42.3534	13.05	0.4015	2.13411	0.88
43.3304	19.01	0.2676	2.08823	1.27
44.1733	52.82	0.3346	2.05032	3.54
46.1728	131.43	0.2676	1.96608	8.81

C3. Data SEM

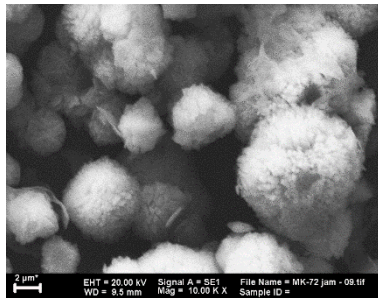
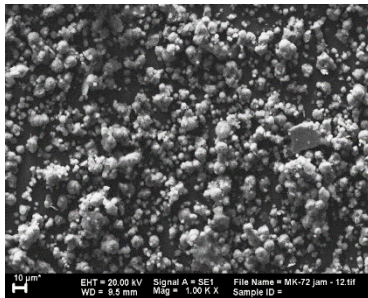
C3.1 Zeolit Na-P Waktu Hidrotermal 24 jam



C3.2 Zeolit Na-P Waktu Hidrotermal 48 jam



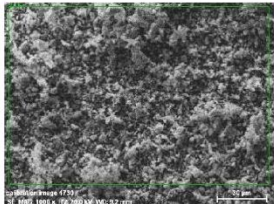
C3.3 Zeolit Na-P Waktu Hidrotermal 72 jam



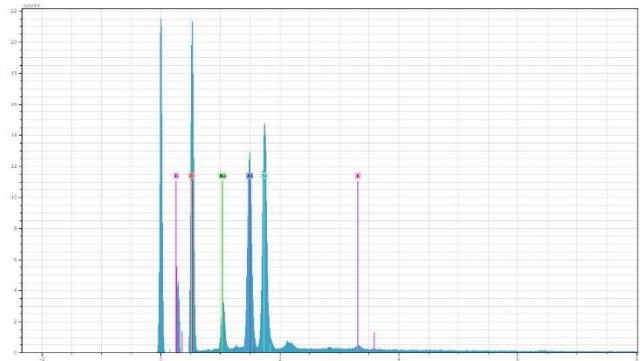
C4. Data EDX

C4.1 Zeolit Na-P Waktu Hidrotermal 24 jam

MK-24 JAM



calibration image 4730Date:6/8/2017
4:22:42 PMImage size:512 x
384Mag:999.99994xHV:20.0kV



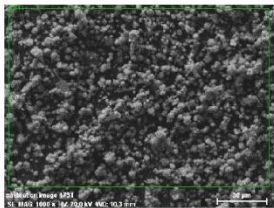
3 111 Date:6/8/2017 4:23:14 PM HV:20.0kV Puls th.:6.28kcp/s

El	AN	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error [%]
O	8	K-series	53.98	62.81	73.93	6.2
Si	14	K-series	14.22	16.55	11.10	0.6
Al	13	K-series	12.61	14.67	10.24	0.6
Na	11	K-series	4.72	5.49	4.49	0.3
K	19	K-series	0.42	0.49	0.24	0.0
Total:			85.95	100.00	100.00	

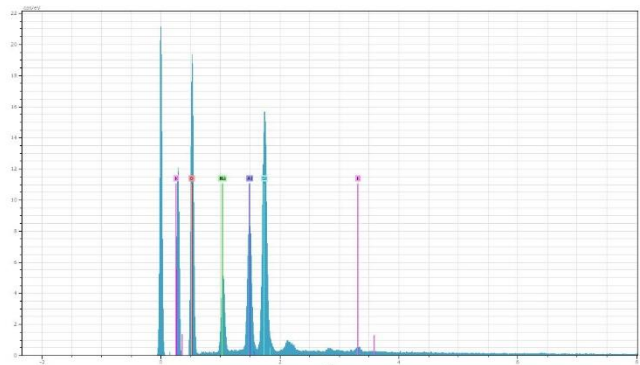
6/8/2017

C5.2 Zeolit Na-P Waktu Hidrotermal 48 jam

MK-48 JAM



calibration image 47310Date:6/8/2017
4:32:09 PMImage size:512 x
384Mag:1000xHV:20.0kV



3 111 Date:6/8/2017 4:32:50 PM HV:20.0kV Puls th:6.48kcps

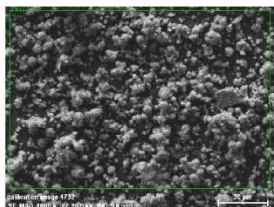
El	AN	Series	unn. [wt.%]	C norm. [wt.%]	C Atom. [at.%]	C Error [%]
O	8	K-series	51.62	66.34	76.51	6.1
Si	14	K-series	12.18	15.65	10.28	0.5
Al	13	K-series	7.20	9.26	6.33	0.4
Na	11	K-series	6.47	8.31	6.67	0.4
K	19	K-series	0.35	0.45	0.21	0.0
Total:			77.82	100.00	100.00	

6/8/2017

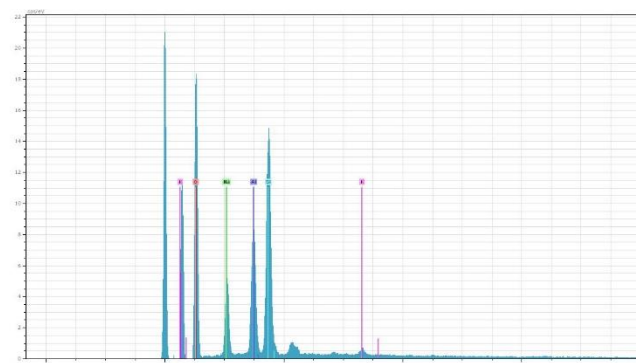
4. Page

C5.3 Zeolit Na-P Waktu Hidrotermal 72 jam

MK-72 JAM



calibration image 4732 Date: 6/8/2017
4:44:31 PM Image size: 512 x
384 Mag: 999.99994 x HV: 20.0 kV



3 111 Date: 6/8/2017 4:45:37 PM HV: 20.0 kV Puls th: .635 keps

El	AN	Series	unn. [wt.%]	C norm. [wt.%]	C Atom. [at.%]	C Error [%]
O	8	K-series	51.45	66.63	76.74	6.1
Si	14	K-series	11.52	14.92	9.79	0.5
Al	13	K-series	7.34	9.51	6.49	0.4
Na	11	K-series	6.46	8.36	6.70	0.4
K	19	K-series	0.45	0.58	0.27	0.0
Total:			77.21	100.00	100.00	

6/8/2017

7. Page

BIODATA PENULIS



Penulis bernama lengkap Luvita Endah Dwi Puspitaningrum dan biasa dipanggil Luvita. Penulis dilahirkan di Pacitan, 10 Juli 1995 merupakan anak kedua dari dua bersaudara. Pendidikan formal yang telah ditempuh oleh penulis, yaitu di TK Tunas Karya II (1999-2001), SDN Kayen II (2001-2007), SMPN 1 Pacitan (2007-2010) dan SMAN 1 Pacitan (2010-2013). Setelah lulus dari SMAN 1 Pacitan, penulis mengikuti seleksi masuk perguruan tinggi negeri dan diterima di jurusan Kimia FMIPA ITS Surabaya melalui jalur SNMPTN pada tahun 2013 serta terdaftar dengan NRP. 1413 100 009. Di Jurusan Kimia ini, penulis mengambil bidang minat Kimia Anorganik dibawah bimbingan Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc. Selama kuliah, penulis pernah aktif dalam organisasi kemahasiswaan yaitu Himpunan Mahasiswa Kimia (HIMKA) sebagai *staff Upgrading* Departemen Pengembangan Sumber Daya Mahasiswa (2014-2015) dan Staf Ahli bidang Pelatihan dalam Departemen Pengembangan Sumber Daya Mahasiswa (2015-2016) dan mengikuti beberapa pelatihan serta menjadi panitia kegiatan diberbagai kegiatan baik dalam lingkup HIMKA, BEM FMIPA dan BEM ITS. Selain itu, penulis juga pernah melakukan Kerja Praktek di Laboratorium Uji Kimia PLTU Pacitan selama 1 bulan. Semoga hasil penelitian ini dapat memberikan manfaat bagi para pembaca dan memberikan inspirasi untuk kemajuan ilmu pengetahuan, khususnya di bidang ilmu Kimia. Penulis dapat dihubungi melalui *email* luvittaphitta@gmail.com .